

JP 2005 20310 A 2005.5.12

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-120310

(P2005-120310A)

(43) 公開日 平成17年5月12日 (2005.5.12)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
C09D 11/00	C09D 11/00	2C056
B41J 2/01	B41M 5/00 E	2H086
B41M 5/00	B41J 3/04 1O1Y	4J039

審査請求 未請求 請求項の数 16 O L (全 45 頁)

(21) 出願番号 特願2003-359333 (P2003-359333)  
 (22) 出願日 平成15年10月20日 (2003.10.20)

(71) 出願人 000208743  
 キヤノンファインテック株式会社  
 茨城県水海道市坂手町5540-11  
 (74) 代理人 100077698  
 弁理士 吉田 勝広  
 (74) 代理人 100098707  
 弁理士 近藤 利英子  
 (72) 発明者 山本 智也  
 茨城県水海道市坂手町5540-11 キ  
 ヤノンファインテック株式会社内  
 (72) 発明者 井上 均  
 茨城県水海道市坂手町5540-11 キ  
 ヤノンファインテック株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク、インクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置

## (57) 【要約】

【課題】 高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできるインクジェット記録用インクを提供する。

【解決手段】 高分子分散剤、水不溶性色材、水溶性有機溶剤、および水を含有するインクジェット記録用インクにおいて、該高分子分散剤が、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であり、該水不溶性色材が、特定の顔料であることを特徴とするインクジェット記録用インク。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

高分子分散剤、水不溶性色材としてC. I. ピグメントイエロー 3、C. I. ピグメントイエロー 74、C. I. ピグメントイエロー 93、C. I. ピグメントイエロー 95、C. I. ピグメントイエロー 109、C. I. ピグメントイエロー 120、C. I. ピグメントイエロー 128、C. I. ピグメントイエロー 138、C. I. ピグメントイエロー 151、C. I. ピグメントイエロー 175、C. I. ピグメントイエロー 183およびC. I. ピグメントイエロー 184からなる群から選ばれる少なくとも1種、水溶性有機溶剤、および水を含むインクジェット記録用インクにおいて、該高分子分散剤が、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であることを特徴とするインクジェット記録用インク。

10

## 【請求項 2】

高分子分散剤、水不溶性色材としてC. I. ピグメントブラック 1、C. I. ピグメントブラック 7、C. I. ピグメントブラック 10、C. I. ピグメントブラック 31およびC. I. ピグメントブラック 32からなる群から選ばれる少なくとも1種、水溶性有機溶剤、および水を含むインクジェット記録用インクにおいて、該高分子分散剤が、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であることを特徴とするインクジェット記録用インク。

20

## 【請求項 3】

高分子分散剤、水不溶性色材としてC. I. ピグメントレッド 12、C. I. ピグメントレッド 122、C. I. ピグメントレッド 184、C. I. ピグメントレッド 202、C. I. ピグメントバイオレット 19およびC. I. ピグメントバイオレット 32からなる群から選ばれる少なくとも1種、水溶性有機溶剤、および水を含むインクジェット記録用インクにおいて、該高分子分散剤が、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であることを特徴とするインクジェット記録用インク。

30

## 【請求項 4】

高分子分散剤、水不溶性色材としてC. I. ピグメントブルー 15 : 1、C. I. ピグメントブルー 15 : 2、C. I. ピグメントブルー 15 : 3、C. I. ピグメントブルー 15 : 4、C. I. ピグメントブルー 15 : 6、C. I. ピグメントブルー 16、C. I. ピグメントグリーン 7からなる群から選ばれる少なくとも1種、水溶性有機溶剤、および水を含むインクジェット記録用インクにおいて、該高分子分散剤が、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であることを特徴とするインクジェット記録用インク。

40

## 【請求項 5】

さらにカルシウム化合物および／またはマグネシウム化合物を含む請求項 1～4 のいずれか1項に記載のインクジェット記録用インク。

## 【請求項 6】

前記カルシウム化合物および／またはマグネシウム化合物の総量(A)が、前記高分子分散剤(B)に対して質量比でA : B = 1 : 50, 000～1 : 200の範囲で含有されている請求項 5 に記載のインクジェット記録用インク。

## 【請求項 7】

さらにアルミニウム化合物を含む請求項 1～4 のいずれか1項に記載のインクジェット記録用インク。

## 【請求項 8】

前記高分子分散剤の親水性ブロックが、アニオン性のビニルエーテル類から構成されて

50

いる請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 9】

前記高分子分散剤の親水性ブロックが、非イオン性のビニルエーテル類から構成されている請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 10】

前記高分子分散剤の親水性ブロックが、非イオン性のビニルエーテル類から構成されているブロックと、アニオン性のビニルエーテル類から構成されているブロックとを少なくとも含む請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インク。

【請求項 11】

前記高分子分散剤が、疎水性のビニルエーテル類で構成されたブロック、非イオン性の親水性ビニルエーテル類から構成されたブロック、およびアニオン性の親水性ビニルエーテル類から構成されたブロックの順番で少なくとも構成されている請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インク。

10

【請求項 12】

インクにエネルギーを与えて、該インクを飛翔させて被記録材に付与して行うインクジェット記録方法において、該インクが、請求項 1～11 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクジェット記録方法。

【請求項 13】

前記エネルギーが、熱エネルギーである請求項 12 に記載のインクジェット記録方法。

【請求項 14】

前記被記録材が、少なくとも一方の面にインクを受容するコーティング層をもつ被記録材である請求項 12 に記載のインクジェット記録方法。

20

【請求項 15】

インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが請求項 1～11 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクカートリッジ。

【請求項 16】

インクを収容したインク収容部を備えたインクカートリッジと、該インクを吐出させるためのヘッド部を備えたインクジェット記録装置において、該インクが請求項 1～11 のいずれか 1 項に記載のインクジェット記録用インクであることを特徴とするインクジェット記録装置。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、インクジェット記録用インク（以下単に「インク」と略す）、インクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置に関する。さらに詳しくは、吐出信頼性が高く画像特性の良好なインクジェット記録に適した色材分散体の水性インク、該インクを用いたインクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置に関する。

【背景技術】

40

【0002】

従来、印刷インクの着色剤として、耐水性や耐光性などの堅牢性に優れた顔料などの水不溶性色材が広く用いられている。しかし、これらの水不溶性色材を水性インクの色材として用いるためには、水性媒体中に水不溶性色材を安定して分散させることが要求される。そのため、高分子化合物や界面活性剤などの分散剤を添加して水不溶性色材を水性媒体中に均一に分散させた色材分散体の水性インクが使用されている。

【0003】

近年、インクジェット記録用途においても、画像堅牢性の面からこの色材分散体の水性インクをインクとして使用するようになってきている。インクジェット記録においては、紙面上でのインクの定着性や耐水性を向上させるために、インク中の色材粒子に凝集機能

50

や水不溶化機能を持たせる試みがとられている。しかしながら、このような機能を色材粒子に持たせることによって、インク中での色材粒子の分散安定性が低下することになり、インクの保存中に色材粒子が凝集して沈降が発生しやすくなる、形成された画像に濃度むらが発生する、インクジェット装置のノズル先端部でインク乾燥による目詰まりが発生し、インクの吐出安定性が低下しやすくなるなどの問題点を持つ。

【0004】

上記問題点を解決するために、特許文献1では、特定の構造を有する水不溶性色材を含有するインクが提案されているが、水不溶性色材しか考慮されていないため、画像特性では若干の効果があっても長期的なインク保存安定性や吐出安定性には大きな問題がある。

【0005】

特許文献2では、疎水部分に特定構造を有する高分子分散剤を含有するインクが提案されているが、インク媒体と密接な関係を有する高分子分散剤の親水部分は考慮していないため、インクの長期保存時や高温保存時の色材粒子の分散安定性が大きく低下する問題点を有し、インクジェット装置に使用する際に必ず発生するノズル先端部でのインク濃縮のように、インク組成が大きく変化する場合には特に色材粒子の分散安定性が低下し、インクの吐出安定性が大きく低下してしまう。また、このようなインクを熱エネルギーでインクを飛翔させるインクジェット記録装置に使用すると、発熱によりインク中の色材粒子が激しく凝集してインクの吐出できなくなるという問題も有する。

【0006】

【特許文献1】特公平10-120956号公報

【特許文献2】特開2002-332440公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の目的は、上記問題点に鑑みてなされたもので、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできるインクを提供することであり、さらには堅牢性と品位に優れた画像を記録し得るインクジェット記録方法、およびこのようなインクを含むインクカートリッジおよびインクジェット記録装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、上記課題点を解決すべく鋭意検討した結果、以下の発明によって解決できることを見出した。すなわち、本発明は、高分子分散剤、水不溶性色材、水溶性有機溶剤、および水を含有するインクにおいて、該高分子分散剤が、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であり、上記水不溶性色材が、C. I. ピグメントイエロー3、C. I. ピグメントイエロー74、C. I. ピグメントイエロー93、C. I. ピグメントイエロー95、C. I. ピグメントイエロー109、C. I. ピグメントイエロー120、C. I. ピグメントイエロー128、C. I. ピグメントイエロー138、C. I. ピグメントイエロー151、C. I. ピグメントイエロー175、C. I. ピグメントイエロー183およびC. I. ピグメントイエロー184からなる群から選ばれる少なくとも1種；C. I. ピグメントブラック1、C. I. ピグメントブラック7、C. I. ピグメントブラック10、C. I. ピグメントブラック31およびC. I. ピグメントブラック32からなる群から選ばれる少なくとも1種；C. I. ピグメントレッド12、C. I. ピグメントレッド122、C. I. ピグメントレッド184、C. I. ピグメントレッド202、C. I. ピグメントバイオレット19およびC. I. ピグメントバイオレット32からなる群から選ばれる少なくとも1種；またはC. I. ピグメントブルー15：1、C. I. ピグメントブルー15：2、C. I. ピグメントブルー15：3、C. I. ピグメントブルー15：4、C. I. ピグメントブルー15：6、C. I. ピグメントブルー16、C. I. ピグメントグリーン7からなる群から選

10

20

30

40

50

ばれる少なくとも1種であるインクを提供する。

#### 【0009】

上記本発明のインクにおいては、さらにカルシウム化合物および／またはマグネシウム化合物を含有すること；前記カルシウム化合物および／またはマグネシウム化合物の総量（A）が、前記高分子分散剤（B）に対して質量比でA：B＝1：50、000～1：200の範囲で含有されていること；さらにアルミニウム化合物を含有することが好ましい。

#### 【0010】

また、上記本発明のインクにおいては、前記高分子分散剤の親水性ブロックが、アニオン性のビニルエーテル類から構成されていること；前記高分子分散剤の親水性ブロックが、非イオン性のビニルエーテル類から構成されていること；前記高分子分散剤の親水性ブロックが、非イオン性のビニルエーテル類から構成されているブロックと、アニオン性のビニルエーテル類から構成されているブロックとを少なくとも含むこと；および前記高分子分散剤が、疎水性のビニルエーテル類で構成されたブロック、非イオン性の親水性ビニルエーテル類から構成されたブロック、およびアニオン性の親水性ビニルエーテル類から構成されたブロックの順番で少なくとも構成されていることが好ましい。

#### 【0011】

また、本発明は、インクにエネルギーを与えて、該インクを飛翔させて被記録材に付与して行うインクジェット記録方法において、該インクが、前記本発明のいずれかのインクであることを特徴とするインクジェット記録方法を提供する。前記エネルギーとしては熱エネルギーが好ましい。また、前記被記録材としては、少なくとも一方の面にインクを收容するコーティング層をもつ被記録材であることが好ましい。

#### 【0012】

また、本発明は、インクを收容したインク收容部を備えたインクカートリッジにおいて、該インクが前記本発明のいずれかのインクであることを特徴とするインクカートリッジ；およびインクを收容したインク收容部を備えたインクカートリッジと、該インクを吐出させるためのヘッド部を備えたインクジェット記録装置において、該インクが前記本発明のいずれかのインクであることを特徴とするインクジェット記録装置を提供する。

#### 【発明の効果】

#### 【0013】

本発明によれば、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできるインクを提供することができ、さらには堅牢性と品位に優れた画像を記録し得るインクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置を提供することができる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

#### 【0014】

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明者らは、高分子分散剤、水不溶性色材、水溶性有機溶剤、および水を含有するインクにおいて、高分子分散剤として、少なくとも1種の疎水性ブロックと少なくとも1種の親水性ブロックとを少なくとも有し、各ブロックがモノマーとしてビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体を使用し、水不溶性色材として、C. I. ピグメントイエロー3、C. I. ピグメントイエロー74、C. I. ピグメントイエロー93、C. I. ピグメントイエロー95、C. I. ピグメントイエロー109、C. I. ピグメントイエロー120、C. I. ピグメントイエロー128、C. I. ピグメントイエロー138、C. I. ピグメントイエロー151、C. I. ピグメントイエロー175、C. I. ピグメントイエロー183およびC. I. ピグメントイエロー184からなる群から選ばれる少なくとも1種；C. I. ピグメントブラック1、C. I. ピグメントブラック7、C. I. ピグメントブラック10、C. I. ピグメントブラック31およびC. I. ピグメントブラック32からなる群から選ばれる少なくとも1種；C. I. ピグメントレッド12、C. I. ピグメントレッド122、C. I. ピグメントレッド184、C. I. ピグメ

ントレッド 202、C. I. ピグメントバイオレット 19 および C. I. ピグメントバイオレット 32 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種；または C. I. ピグメントブルー 15 : 1、C. I. ピグメントブルー 15 : 2、C. I. ピグメントブルー 15 : 3、C. I. ピグメントブルー 15 : 4、C. I. ピグメントブルー 15 : 6、C. I. ピグメントブルー 16、C. I. ピグメントグリーン 7 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種をインク中に含有させることで、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも安定して記録することが可能なインクを提供することができることを見出した。

#### 【0015】

これは、高分子分散剤として、少なくとも 1 種の疎水性ブロックと、少なくとも 1 種の親水性ブロックを少なくとも含むブロック共重合体からなる高分子分散剤を使用することで、高分子分散剤の疎水性ブロック部が色材粒子表面に均一に付着することが可能となり、色材粒子が外界に露出することなく高分子分散剤が色材粒子を均一に被覆する、すなわち、カプセル化することができるようになる。この際、疎水性ブロックが、モノマーとしてビニルエーテル類を重合してなるエーテル構造を多数有するポリビニルエーテルであるために、疎水性ブロックのエーテル部と隣接する高分子分散剤の疎水性ブロック間に静電的な相互作用が発生する、すなわち、高分子分散剤同士の疎水性ブロック間で物理的な結合作用が発生し、カプセルの安定性が向上すると考えられる。このため、記録後の画像においてもこのカプセル状態が維持され、高分子分散剤が色材粒子を保護するため、色材粒子の一部が外界に露出しているような場合に比べ、色材粒子の堅牢性が向上すると考えられる。

10

20

#### 【0016】

また、高分子分散剤の親水性部がブロック化されているためインク媒体中での親和性が向上し、疎水性基を含有するランダム重合されているような他の高分子分散剤に比べて、色材粒子の分散安定性が向上するため色材粒子の凝集や沈降が起こりにくくなり、インクの長期保存時の色材粒子の分散安定性も良好になると考えられる。親水性ブロックについても、疎水性ブロックと同様に、モノマーとしてビニルエーテル類を重合してなるエーテル構造を多数有するポリビニルエーテルであるために、色材のカプセル（以下単に「カプセル」という場合がある）の外側部分を構成する親水性ブロック間での相互作用が適度に向上し、カプセルの外側の形状も安定化され、カプセル全体が均一な形状を維持できるようになると考えられる。このため、インク加温時などのカプセル形状が変化しやすい場合においてもカプセル表面の電荷状態の乱れが殆ど発生せず、カプセル表面の電荷状態が均一に維持されるようになるため、静電的な因子によるカプセル同士の凝集や会合を大きく低減することができる。これにより、インクの高温保存時や長期保存時の色材粒子の分散安定性が向上し、色材粒子の分散性が不安定になりやすい熱エネルギーをインク飛翔エネルギーとして利用したインクジェット記録の吐出時においても、このカプセル状態が安定に維持されるようになり、インクの吐出安定性が向上するものと考えられる。

30

#### 【0017】

さらに本発明者らは、色材粒子を含有するインクをインクジェット記録装置に使用する場合の課題として、長期保存した後のインクがインクジェットヘッドのノズル先端部でインク中の水分が蒸発しインクが濃縮されると、色材粒子の分散安定性が極端に低下してノズルの目詰まりが発生するという課題を鋭意検討したところ、水不溶性色材として、前記の顔料を使用することで、上記高分子分散剤の疎水性ブロックと色材の親和性が良好になることを見出した。その結果、長期保存した後のインクでも、インク中の水分が多量に蒸発するようなインクジェットプリンターの印字プロセス時においてもノズルの目詰まりが発生することなく、長期にわたって安定にインクを吐出させることを可能にした。

40

#### 【0018】

以下、本発明のインクの構成材料について詳細に説明する。

##### （水不溶性色材）

本発明のインクに使用する水不溶性色材としては、イエローインクの場合は、少なくとも、C. I. ピグメントイエロー 3、C. I. ピグメントイエロー 74、C. I. ピグメ

50

ントイエロー 93、C. I. ピグメントイエロー 95、C. I. ピグメントイエロー 109、C. I. ピグメントイエロー 120、C. I. ピグメントイエロー 128、C. I. ピグメントイエロー 138、C. I. ピグメントイエロー 151、C. I. ピグメントイエロー 175、C. I. ピグメントイエロー 183 および C. I. ピグメントイエロー 184 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種であり、また、ブラックインクの場合は、C. I. ピグメントブラック 1、C. I. ピグメントブラック 7、C. I. ピグメントブラック 10、C. I. ピグメントブラック 31 および C. I. ピグメントブラック 32 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種であり、また、マゼンタインクの場合は、C. I. ピグメントレッド 12、C. I. ピグメントレッド 122、C. I. ピグメントレッド 184、C. I. ピグメントレッド 202、C. I. ピグメントバイオレット 19 および C. I. ピグメントバイオレット 32 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種であり、また、シアンインクの場合は、C. I. ピグメントブルー 15 : 1、C. I. ピグメントブルー 15 : 2、C. I. ピグメントブルー 15 : 3、C. I. ピグメントブルー 15 : 4、C. I. ピグメントブルー 15 : 6、C. I. ピグメントブルー 16、C. I. ピグメントグリーン 7 からなる群から選ばれる少なくとも 1 種が使用される。これらの水不溶性色材は、単独で使用する以外に、2 種以上組み合わせて使用すること、および他の顔料と組み合わせて使用することもできる。

10

#### 【0019】

これら水不溶性色材のインク中の含有量は、インク全質量に対して、好ましくは 0.1 ~ 20 質量%、より好ましくは 1.0 ~ 10 質量% である。色材の量が 0.1 質量% 未満のインクで画像を形成すると十分な画像濃度が得にくい場合があり、色材の量が 20 質量% を超えると、ノズルにおける目詰りなどによるインクの吐出安定性の低下が起こる場合がある。また、水不溶性色材 (A) と上記高分子分散剤 (B) とのインク中における含有比率は、固形分質量比で好ましくは A : B = 100 : 1 ~ 1 : 2、より好ましくは 10 : 1 ~ 1 : 2 であると、インクの吐出安定性や保存安定性の面から望ましい。

20

#### 【0020】

また、これらの水不溶性色材がインク中で高分子分散剤と形成する色材分散体中の粒子の平均粒子径は、好ましくは 200 nm 以下、より好ましくは 100 nm 以下であると、インクの吐出安定性がさらに向上し、また、印字画像の発色性も良好になる。この色材分散体の粒子径を測定する方法としては、例えば、レーザー光散乱法、X 線小角散乱法、沈降法、電子顕微鏡で直接観察する方法などが挙げられる。

30

#### 【0021】

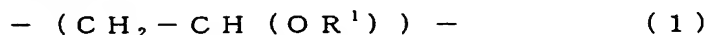
(高分子分散剤)

本発明のインクに使用する高分子分散剤としては、少なくとも 1 種の親水性ブロックと、少なくとも 1 種の疎水性ブロックとをそれぞれ有し、各ブロックがビニルエーテル類から構成されたブロック共重合体であればよく、2 種類以上の親水性ブロックや 2 種類以上の疎水性ブロックを有するものでも使用することができ、単独のブロック共重合体でも 2 種類以上のブロック共重合体が混合されたものでも使用できる。共重合体の形態は直鎖型、グラフト型などが挙げられるが、直鎖型のブロック共重合体が好ましい。

#### 【0022】

40

これらのポリマーは、例えば、下記一般式 (1) で示される繰り返し単位構造を有することが好ましい。



上記の一般式 (1) において、 $R^1$  は、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基のような脂肪族炭化水素、フェニル基、ピリジル基、ベンジル基、トリイル基、キシリル基、アルキルフェニル基、フェニルアルキレン基、ビフェニル基、フェニルピリジル基などのような、炭素原子が窒素原子で置換されていてもよい芳香族炭化水素基を表す。また、芳香環上の水素原子は、炭化水素基で置換されていてもよい。 $R^1$  の炭素数は 1 ~ 18 が好ましい。

#### 【0023】

50

また、 $R^1$ は、 $-(CH(R^2)-CH(R^3)-O)_p-R^4$ もしくは $-(CH_2)_n-(O)_m-R^4$ で表される基でもよい。この場合、 $R^2$ および $R^3$ は、それぞれ独立に水素原子またはメチル基を表し、 $R^4$ は、アルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、またはシクロアルケニル基のような脂肪族炭化水素、フェニル基、ビリジル基、ベンジル基、トリイル基、キシリル基、アルキルフェニル基、フェニルアルキレン基、ビフェニル基、フェニルビリジル基などのような、炭素原子が窒素原子で置換されていてもよい芳香族炭化水素基（芳香環上の水素原子は、炭化水素基で置換されていてもよい）、 $-CHO$ 、 $-CH_2CHO$ 、 $-CO-CH=CH_2$ 、 $-CO-C(CH_3)=CH_2$ 、 $-CH_2-CH=CH_2$ 、 $-CH_2-C(CH_3)=CH_2$ 、 $-CH_2-COOR^5$ などを表し、これらの基のうちの

10

#### 【0024】

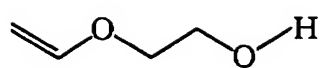
$R^1$ および $R^5$ において、アルキル基またはアルケニル基としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、*n*-ブチル、*sec*-ブチル、*tert*-ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ドデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、オレイルなどであり、シクロアルキル基またはシクロアルケニル基としては、例えば、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロオクチルなどである。

20

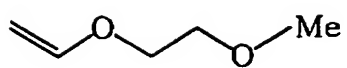
下記にそのモノマー（I-a～I-o）およびポリマー（II-a～II-e）の構造を示すが、本発明に用いられるポリビニルエーテル構造は、これらに限定されるものではない。

#### 【0025】

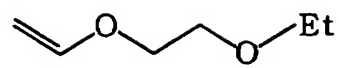




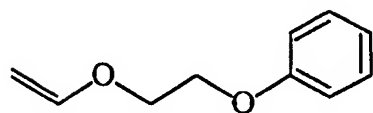
(I-a)



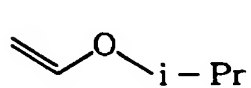
(I-b)



(I-c)



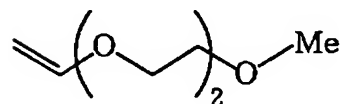
(I-d)



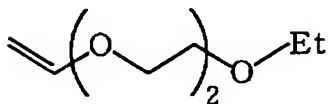
(I-e)



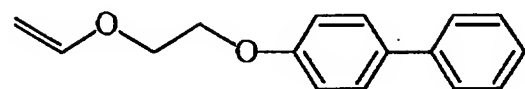
(I-f)



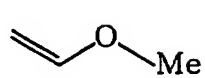
(I-g)



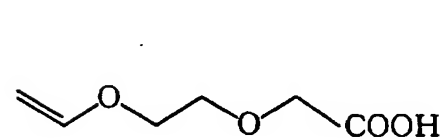
(I-h)



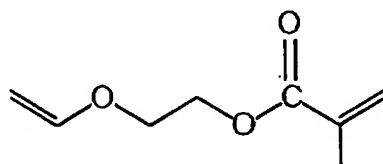
(I-i)



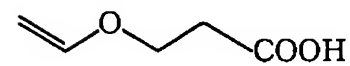
(I-j)



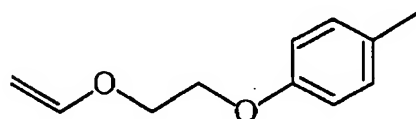
(I-k)



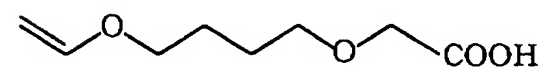
(I-l)



(I-m)



(I-n)



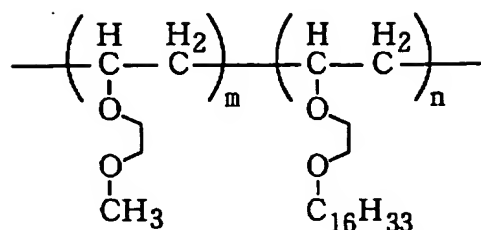
(I-o)

10

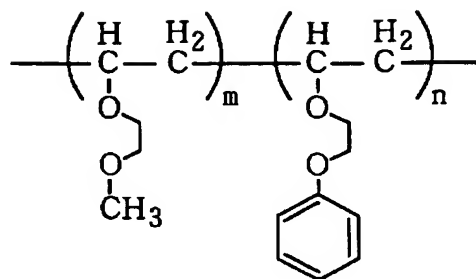
20

30

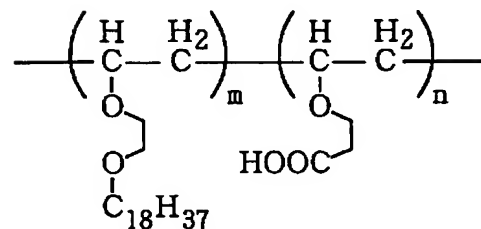
40



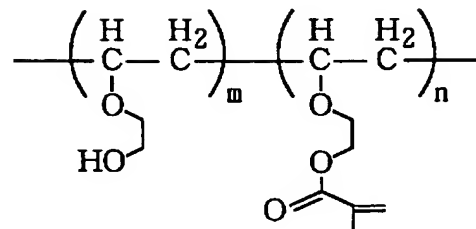
(II-a)



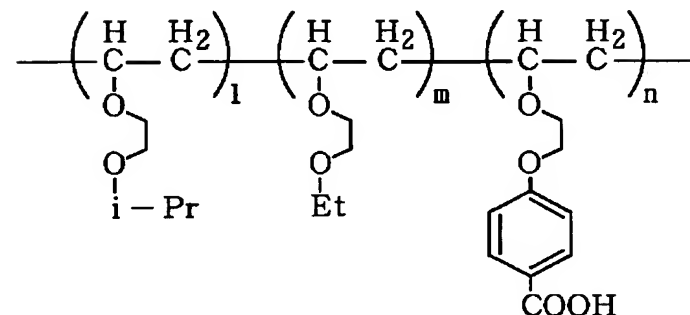
(II-b)



(II-c)



(II-d)



(II-e)

## 【0027】

さらに、ポリビニルエーテルの繰返し単位数（上記（II-a）～（II-e）においては、m、n、1）は、それぞれ独立に、1～10、000であることが好ましい。また、その合計が（上記（II-a）～（II-e）においては、m+n+1）、10～20、000であることがより好ましい。数平均分子量は、500～20、000、000が好ましく、1、000～5、000、000がより好ましく、2、000～2、000、000が最も好ましい。また、これらの高分子分散剤がインク中に占める割合は、インク全質量に対して、好ましくは0.1～20質量%、より好ましくは0.5～10質量%である。

## 【0028】

ビニルエーテル系ポリマーブロックを有する共重合体の合成方法は、特に限定されないが、青島らによるカチオンリビング重合（特開平11-322942号公報、特開平11-322866号公報）などが好適に用いられる。カチオンリビング重合法を用いることにより長さ（分子量）を正確に揃えたホモポリマーや2成分以上のモノマーからなる共重合体、さらにはブロック共重合体、グラフトポリマー、グラデーションポリマーなどの様々なポリマーを合成することができる。また、ポリビニルエーテルは、その側鎖に様々な官能基を導入することができる。

## 【0029】

10

20

30

40

50

### (水溶性有機溶剤)

本発明のインクに使用する水溶性有機溶剤としては、水溶性の有機溶剤であれば制限なく使用することができ、2種以上の水溶性有機溶剤の混合溶剤としても使用できる。このような混合溶剤として使用する場合は、混合した場合に液状であれば、固体の水溶性有機化合物が含有されていてもよい。

#### 【0030】

なかでも、水溶性有機溶剤が、高分子分散剤の親水性ブロック部の溶解性パラメータに対して  $0.0 \sim +10.0 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$  の範囲にある溶解性パラメータを有する水溶性有機溶剤であると、インクジェットヘッドのノズルの目詰まりがより発生しにくくなり好ましい。この溶解性パラメータ ( $\delta \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$ ) は、溶剤の凝集エネルギー密度の平方根として表され、 $\delta = (\Delta E / V)^{1/2}$  (式中、 $\Delta E$  は溶剤のモル蒸発熱、 $V$  は溶媒のモル体積) の式から算出される溶剤の溶解性を示す溶剤固有の値である。例えば、水は  $\delta = 47.0$ 、エタノールは  $\delta = 25.7$ 、ヘキサンは  $\delta = 14.9$  である。また、高分子分散剤の溶解性パラメータ ( $\delta$ ) は、高分子分散剤の無限溶解度または最高膨潤度を与える溶剤の溶解性パラメータ = 高分子の溶解性パラメータとする実験的に算出した値や、高分子分散剤の官能基の分子凝集エネルギーから算出した値である。高分子分散剤および溶剤の溶解性パラメータ ( $\delta$ ) を官能基の分子凝集エネルギーから算出する方法は、 $\delta = (\Delta E / V)^{1/2} = (\sum \Delta e_i / \sum \Delta v_i)^{1/2}$  (式中、 $\Delta E$  はそれぞれのモル蒸発熱、 $V$  はそれぞれのモル体積、 $\Delta e_i$  はそれぞれの原子団の蒸発エネルギー ( $\text{J/mol}$ )、 $\Delta v_i$  はそれぞれの原子団のモル体積 ( $\text{cm}^3/\text{mol}$ ) である。) の式から算出する方法が挙げられる。なお、原子団の蒸発エネルギーおよび原子団のモル体積は、Fedorsの値を使用して算出した。

#### 【0031】

このような水溶性有機溶剤としては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、*n*-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール、*sec*-ブチルアルコール、*tert*-ブチルアルコールなどの低級アルコール類；エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、1, 2-ブタンジオール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、チオジグリコール、1, 4-シクロヘキサジオールなどのジオール類；グリセリン、1, 2, 4-ブタントリオール、1, 2, 6-ヘキサントリオール、1, 2, 5-ペンタントリオールなどのトリオール類；トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、ネオペンチルグリコール、ペンタエリスリトールなどのヒンダードアルコール類；エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノイソプロピルエーテル、エチレングリコールモノアリルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルなどのグリコールエーテル類；ジメチルスルホキシド、グリセリンモノアリルエーテル、ポリエチレングリコール、*N*-メチル-2-ピロリドン、2-ピロリドン、 $\gamma$ -ブチロラクトン、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、スルフォラン、 $\beta$ -ジヒドロキシエチルウレア、ウレア、アセトニルアセトン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、アセトン、ジアセトンアルコール、テトラヒドロフラン、ジオキサンなどである。

#### 【0032】

これらの中でも、沸点が  $120^\circ\text{C}$  以上の水溶性有機溶剤を使用すると、ノズル先端部のインク濃縮が抑制されるため好ましい。これらの水溶性有機溶剤のインク中に占める割合は、インク全質量に対して、好ましくは  $5 \sim 50$  質量%、より好ましくは  $10 \sim 30$  質量%である。

#### 【0033】

10

20

30

40

50

以上が本発明のインクの必須成分であるが、これらの成分以外に、界面活性剤、pH調整剤、酸化防止剤、防黴剤などの各種の添加剤を添加してもよい。このような中でも、インク中に、カルシウム化合物および／またはマグネシウム化合物を含有させると、インクの長期保存安定性やインクの吐出安定性が向上するので好ましい。これは、高分子分散剤の親水性ブロックの負電荷を有するエーテル基などに2価の正電荷を有するカルシウムイオンやマグネシウムイオンが作用する橋かけ効果によって親水性ブロック同士の相互作用が向上し、親水性ブロック部が構成する色材粒子のカプセルの外側の形状が安定化される。このため、インク加温時などのカプセル形状が不安定になりやすい場合においてもカプセル全体が均一な形状で維持されるため、カプセル表面の電荷状態の乱れが殆ど発生せずにカプセル表面の電荷状態が均一に維持され、静電的な因子によるカプセル同士の凝集や会合が大きく低減されるようになるからと考えられる。

10

#### 【0034】

このようなカルシウム化合物やマグネシウム化合物のインク中の含有量としては、カルシウム化合物とマグネシウム化合物の総量（A）が高分子分散剤（B）に対して質量比で好ましくは $A : B = 1 : 100$ 、 $000 \sim 1 : 100$ の範囲、より好ましくは $1 : 50$ 、 $000 \sim 1 : 200$ の範囲であると保存安定性がより向上するため望ましい。カルシウム化合物とマグネシウム化合物の含有量が $1 : 100$ 、 $000$ より少ないと色材分散体の保存安定性の向上効果が少なくなる場合や、 $1 : 100$ より多いとインクのノズルでの目詰まりが発生しやすくなる場合もある。インク中に添加するのに好ましいカルシウム化合物やマグネシウム化合物の具体例としては、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、硝酸カルシウム、硝酸マグネシウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化カルシウム、酸化マグネシウムなどが挙げられる。

20

#### 【0035】

また、インク中に、アルミニウム化合物を含有させると、高分子分散剤の疎水性ブロックおよび親水性ブロックにアルミニウム化合物が作用し、高分子分散剤同士の結合を向上させ、高分子分散剤のカプセルがより安定化されるため望ましい。これは、上記カルシウム化合物やマグネシウム化合物の場合と同様に、正電荷を表面に有するアルミニウム化合物が疎水性ブロックや親水性ブロックの負電荷を有するエーテル基に作用することで、疎水性ブロック間や親水性ブロック間の相互作用を適度に向上させ、カプセルの安定性が向上するからである。このようなアルミニウム化合物は、上記のカルシウム化合物やマグネシウム化合物と併用すると、カプセルの安定性がよりいっそう向上するため望ましい。

30

#### 【0036】

このアルミニウム化合物の含有量としては、インク中においてアルミニウム化合物（A）と高分子分散剤（B）とのモル比が、好ましくは $A : B = 1 : 3$ 、 $000 \sim 5 : 1$ 、より好ましくは $1 : 300 \sim 1 : 20$ であると、カプセルの安定性がより向上するためより望ましい。アルミニウム化合物の含有量が $1 : 3$ 、 $000$ より少ないとカプセルの安定性の向上効果が少なくなる場合や、 $5 : 1$ より多いとノズルの目詰まりが発生しやすくなる場合もある。インク中に添加するのに好ましいアルミニウム化合物の具体例としては、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、水酸化アルミニウム、酸化アルミニウムなどが挙げられる。

40

#### 【0037】

本発明のインクジェット記録方法は、インクにエネルギーを与えてインクを飛翔させて行なうインクジェット記録方法に、上記のインクを使用することである。エネルギーとしては、熱エネルギーや力学的エネルギーを用いることができるが、熱エネルギーを用いる場合が好ましい。

#### 【0038】

本発明のインクジェット記録方法において、被記録材は限定されるものではないが、いわゆるインクジェット専用紙と呼ばれる、少なくとも一方の面にインクを受容するコーティング層を持つ被記録材が好ましく使用される。コーティング層を持つ被記録材としては、少なくとも親水性ポリマーおよび／または無機多孔質体を含有した少なくとも一方の面

50

にインクを受容するコーティング層を持つ被記録材が望ましい。

【0039】

次に、上記した本発明のインクを用いて記録を行なうのに好適な、本発明のインクジェット記録装置の1例を以下に説明する。

【0040】

(熱エネルギーを利用したインクジェット記録装置)

まず、熱エネルギーを利用したインクジェット記録装置の主要部であるヘッド構成の1例を図1および図2に示す。図1は、インク流路に沿ったヘッド13の断面図であり、図2は図1のA-B線での切断面図である。ヘッド13はインクを通す流路(ノズル)14を有する、ガラス、セラミック、シリコンまたはプラスチック板などと発熱素子基板15とを接着して得られる。発熱素子基板15は酸化シリコン、窒化シリコン、炭化シリコンなどで形成される保護層16、アルミニウム、金、アルミニウム-銅合金などで形成される電極17-1および17-2、 $HfB_2$ 、 $TaN$ 、 $TaAl$ などの高融点材料から形成される発熱抵抗体層18、熱酸化シリコン、酸化アルミニウムなどで形成される蓄熱層19、シリコン、アルミニウム、窒化アルミニウムなどの放熱性のよい材料で形成される基板20よりなっている。

10

【0041】

上記ヘッド13の電極17-1および17-2にパルス状の電気信号が印加されると、発熱素子基板15のnで示される領域が急速に発熱し、この表面に接しているインク21に気泡が発生し、その圧力でメニスカス23が突出し、インク21がヘッドのノズル14を通して吐出し、吐出オリフィス22よりインク小滴24となり、被記録材25に向かって飛翔する。図3には、図1に示したヘッドを多数並べたマルチヘッドの1例の外観図を示す。このマルチヘッドは、マルチノズル26を有するガラス板27と、図1に説明したものと同一ような発熱ヘッド28を接着して作られている。

20

【0042】

図4に、このヘッドを組み込んだインクジェット記録装置の1例を示す。図4において、61はワイピング部材としてのブレードであり、その一端はブレード保持部材によって保持固定されており、カンチレバーの形態をなす。ブレード61は記録ヘッド65による記録領域に隣接した位置に配置され、また、本例の場合、記録ヘッド65の移動経路中に突出した形態で保持される。

30

【0043】

62は記録ヘッド65の突出口面のキャップであり、ブレード61に隣接するホームポジションに配置され、記録ヘッド65の移動方向と垂直な方向に移動して、インク吐出口面と当接し、キャッピングを行なう構成を備える。さらに、63はブレード61に隣接して設けられるインク吸収体であり、ブレード61と同様、記録ヘッド65の移動経路中に突出した形態で保持される。上記ブレード61、キャップ62およびインク吸収体63によって吐出回復部64が構成され、ブレード61およびインク吸収体63によって吐出口面に水分、塵埃などの除去が行なわれる。

【0044】

65は、吐出エネルギー発生手段を有し、吐出口を配した吐出口面に対向する被記録材にインクを吐出して記録を行なう記録ヘッド、66は記録ヘッド65を搭載して記録ヘッド65の移動を行なうためのキャリッジである。キャリッジ66はガイド軸67と摺動可能に係合し、キャリッジ66の一部はモーター68によって駆動されるベルト69と接続(不図示)している。これによりキャリッジ66はガイド軸67に沿った移動が可能となり、記録ヘッド65による記録領域およびその隣接した領域の移動が可能となる。

40

【0045】

51は被記録材を挿入するための紙給部、52は不図示のモーターにより駆動される紙送りローラーである。これらの構成により記録ヘッド65の吐出口面と対向する位置へ被記録材が給紙され、記録が進行するにつれて排紙ローラー53を配した排紙部へ排紙される。以上の構成において記録ヘッド65が記録終了してホームポジションへ戻る際、吐出

50

回復部 6 4 のキャップ 6 2 は記録ヘッド 6 5 の移動経路から退避しているが、ブレード 6 1 は移動経路中に突出している。その結果、記録ヘッド 6 5 の吐出口がワイピングされる。

#### 【0046】

なお、キャップ 6 2 が記録ヘッド 6 5 の吐出面に当接してキャッピングを行なう場合、キャップ 6 2 は記録ヘッドの移動経路中に突出するように移動する。記録ヘッド 6 5 がホームポジションから記録開始位置へ移動する場合、キャップ 6 2 およびブレード 6 1 は上記したワイピングの時の位置と同一の位置にある。この結果、この移動においても記録ヘッド 6 5 の吐出口面はワイピングされる。上述の記録ヘッドのホームポジションへの移動は、記録終了時や吐出回復時ばかりでなく、記録ヘッドが記録のために記録領域を移動する間に所定の間隔で記録領域に隣接したホームポジションへ移動し、この移動に伴って上記ワイピングが行なわれる。

10

#### 【0047】

図 5 は、記録ヘッドにインク供給部材、例えば、チューブを介して供給されるインクを収容したインクカートリッジの 1 例を示す図である。ここで 4 0 は供給用インクを収納したインク収容部、例えば、インク袋であり、その先端にはゴム製の栓 4 2 が設けられている。この栓 4 2 に針（不図示）を挿入することにより、インク袋 4 0 中のインクをヘッドに供給可能にする。4 4 は廃インクを受容するインク吸収体である。インク収容部としてはインクとの接液面がポリオレフィン、特にポリエチレンで形成されているものが好ましい。

20

#### 【0048】

本発明で使用するインクジェット記録装置としては、上述のようにヘッドとインクカートリッジとが別体となったものに限らず、図 6 に示すようなそれらが一体になったものにも好適に用いられる。図 6 において、7 0 は記録ユニットであり、この中にはインクを収容したインク収容部、例えば、インク吸収体が収納されており、かかるインク吸収体中のインクが複数オリフィスを有するヘッド部 7 1 からインク滴として吐出される構成になっている。インク吸収体の材料としてはポリウレタンを用いることが本発明にとって好ましい。また、インク吸収体を用いず、インク収容部が内部にバネなどを仕込んだインク袋であるような構造でもよい。7 2 はカートリッジ内部を大気に連通させるための大気連通路である。この記録ユニット 7 0 は図 4 に示す記録ヘッド 6 5 に換えて用いられるものであって、キャリッジ 6 6 に対して着脱自在になっている。

30

#### 【0049】

（力学的エネルギーを利用したインクジェット記録装置）

次に、力学的エネルギーを利用したインクジェット記録装置の好ましい 1 例としては、複数のノズルを有するノズル形成基板と、ノズルに対向して配置される圧電材料と導電材料からなる圧力発生素子と、この圧力発生素子の周囲を満たすインクを備え、印加電圧により圧力発生素子を変位させ、インクの小液滴をノズルから吐出させるオンデマンドインクジェット記録ヘッドを挙げることができる。その記録装置の主要部である記録ヘッドの構成の 1 例を図 7 に示す。

#### 【0050】

ヘッドは、インク室（不図示）に連通したインク流路 8 0 と、所望の体積のインク滴を吐出するためのオリフィスプレート 8 1 と、インクに直接圧力を作用させる振動板 8 2 と、この振動板 8 2 に接合され、電気信号により変位する圧電素子 8 3 と、オリフィスプレート 8 1、振動板 8 2 などを指示固定するための基板 8 4 とから構成されている。

40

#### 【0051】

図 7 において、インク流路 8 0 は、感光性樹脂などで形成され、オリフィスプレート 8 1 は、ステンレス、ニッケルなどの金属を電鍍やプレス加工による穴あけなどにより吐出口 8 5 が形成され、振動板 8 2 はステンレス、ニッケル、チタンなどの金属フィルムおよび高弾性樹脂フィルムなどで形成され、圧電素子 8 3 は、チタン酸バリウム、PZTなどの誘電体材料で形成される。以上のような構成の記録ヘッドは、圧電素子 8 3 にパルス状

50

の電圧を与え、歪み応力を発生させ、そのエネルギーが圧電素子 83 に接合された振動板 82 を変形させ、インク流路 80 内のインクを垂直に加圧しインク滴（不図示）をオリフィスプレート 81 の吐出口 85 より吐出して記録を行なうように動作する。このような記録ヘッドは、図 4 に示したものと同様なインクジェット記録装置に組み込んで使用される。インクジェット記録装置の細部の動作は、先述と同様に行なうもので差しつかえない。

#### 【実施例】

##### 【0052】

以下、実施例に基づき本発明を詳細に説明する。本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、文中、「部」および「%」とあるのは質量基準である。

#### <イエロー（Y）インク>

##### [実施例 Y-1]

##### （高分子分散剤 A の作製）

疎水性ブロックと 2 つの親水性ブロックからなる ABC トリブロック共重合体の合成：三方活栓を取り付けたガラス容器内を窒素置換した後、窒素ガス雰囲気下 250℃ で加熱し吸着水を除去した。系を室温に戻した後、疎水性モノマーとしての 2-（n-オクタデカノキシ）エチルビニルエーテル 12 ミリモル、酢酸エチル 16 ミリモル、およびトルエン 1.1 cm<sup>3</sup> を加え、系内温度が 0℃ に達したところでエチルアルミニウムセスキクロライド 0.2 ミリモルを加え重合を開始し、ABC トリブロック共重合体の A 成分を合成した。

##### 【0053】

分子量を時分割に分子ふるいカラムクロマトグラフィー（GPC）を用いてモニタリングし、A 成分の重合が完了した後、次いで親水性モノマーとしての 2-（2-（2-メトキシエトキシ）エトキシ）エトキシ）エトキシビニルエーテル（B 成分）24 ミリモルを添加し重合を続行した。同様に GPC で分子量をモニタリングし、B 成分の重合が完了した後、親水性モノマーとしての 6-（2-ビニロキシエトキシ）ヘキサノイックアシッド（C 成分）のカルボン酸部をエチル基でエステル化したビニルモノマー 12 ミリモルを添加することで合成を行った。重合反応の停止は、系内に 0.3 質量% のアンモニア／メタノール溶液を加えて行い、エステル化させたカルボキシル基は水酸化ナトリウム／メタノール溶液で加水分解させてカルボン酸型に変化させた。反応を終えた混合溶液中にジクロロメタンを加えて希釈し、0.6 N の塩酸溶液で 3 回、次いで蒸留水で 3 回洗浄し、エバポレーターで濃縮・乾固したものを真空乾燥させて ABC トリブロック共重合体（高分子分散剤 A）を得た。化合物の同定には、NMR および GPC を用いて行った（ $M_n = 3.7 \times 10^4$ 、 $M_n/M_w = 1.2$ ）。なお、得られた高分子分散剤の疎水性ブロック A 部と親水性ブロック BC 部の溶解性パラメータをそれぞれ求めたところ、 $17.5 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$  と  $19.8 \text{ (J/cm}^3\text{)}^{1/2}$  であった。

##### 【0054】

##### （色材分散体 Y-1 の作製）

C. 1. ピグメントイエロー 3 の 1.0 部とアセトン 99.0 部を混合し、40℃ に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0 部に上記高分子分散剤 A の 1.0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 Y-1 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

##### 【0055】

##### （インク Y-1 の作製）

・上記色材分散体 Y-1	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・0.2% 塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・0.01% 水酸化アルミニウム水溶液	1.0 部

10

20

30

40

50

・イオン交換水

28.0部

【0056】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：5，800であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：90であった。

【0057】

[実施例Y-2]

(色材分散体Y-2の作製)

実施例Y-1の色材をC. I. ピグメントイエロー74に変更した以外は、全く実施例Y-1と同様にして、色材分散体Y-2を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

【0058】

(インクY-2の作製)

・上記色材分散体Y-2	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・5.0%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	0.3部
・イオン交換水	28.7部

【0059】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：230であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：290であった。

【0060】

[実施例Y-3]

(色材分散体Y-3の作製)

実施例Y-1の色材をC. I. ピグメントイエロー93に変更した以外は、全く実施例Y-1と同様にして、色材分散体Y-3を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

【0061】

(インクY-3の作製)

・上記色材分散体Y-3	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.05%塩化カルシウム水溶液	0.5部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	4.0部
・イオン交換水	25.5部

【0062】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：46，000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：22であった。

【0063】

[実施例Y-4]

(色材分散体Y-4の作製)

実施例Y-1の色材をC. I. ピグメントイエロー95に変更した以外は、全く実施例

10

20

30

40

50



Y-1と同様にして、色材分散体Y-4を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

#### 【0064】

(インクY-4の作製)

・上記色材分散体Y-4	30.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.05%塩化カルシウム水溶液	0.3部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	48.7部

10

#### 【0065】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：46.000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：53であった。

#### 【0066】

[実施例Y-5]

(色材分散体Y-5の作製)

C. I. ピグメントイエロー109の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.9部に実施例Y-1で使用した高分子分散剤A0.1部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体Y-5を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

20

#### 【0067】

(インクY-5の作製)

・上記色材分散体Y-5	60.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.1%硝酸カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	0.5部
・イオン交換水	18.5部

30

#### 【0068】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：2.200であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：23であった。

#### 【0069】

[実施例Y-6]

(色材分散体Y-6の作製)

C. I. ピグメントイエロー151の0.5部とアセトン99.5部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に実施例Y-1で使用した高分子分散剤Aの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水5.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体Y-6を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

#### 【0070】

50

(インク Y-6 の作製)

・上記色材分散体 Y-6	65.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・1.0%塩化マグネシウム水溶液	1.0 部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0 部
・イオン交換水	13.0 部

【0071】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のマグネシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、マグネシウム化合物：高分子分散剤＝1：3，900であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：210であった。

10

【0072】

[実施例 Y-7]

(色材分散体 Y-7 の作製)

実施例 Y-1 の色材を C. I. ピグメントイエロー 128 に変更した以外は、全く実施例 Y-1 と同様にして、色材分散体 Y-7 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

20

【0073】

(インク Y-7 の作製)

・上記色材分散体 Y-7	25.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・0.05%酸化カルシウム水溶液	2.0 部
・0.1%硝酸マグネシウム水溶液	1.0 部
・0.01%酸化アルミニウム水溶液	0.5 部
・イオン交換水	51.5 部

【0074】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物およびマグネシウム化合物の合計と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物+マグネシウム化合物：高分子分散剤＝1：2，400であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：55であった。

30

【0075】

[実施例 Y-8]

(高分子分散剤 B の作製)

疎水性ブロックと親水性ブロックからなる A B ジブロック共重合体の合成：三方活栓を取り付けたガラス容器内を窒素置換した後、窒素ガス雰囲気下 250℃で加熱し吸着水を除去した。系を室温に戻した後、疎水性モノマーとしての 2-デカノキシエチルビニルエーテル 12 ミリモル、酢酸エチル 16 ミリモル、1-イソブトキシエチルアセテート 0.1 ミリモル、およびトルエン 11 cm<sup>3</sup>を加え、系内温度が 0℃に達したところでエチルアルミニウムセスキクロライド 0.2 ミリモルを加え重合を開始し、A B ジブロック共重合体の A 成分を合成した。

40

【0076】

分子量を時分割に分子ふるいカラムクロマトグラフィー (GPC) を用いてモニタリングし、A 成分の重合が完了した後、次いで親水性モノマーとしての 4- (2-ビニロキシエトキシ) ペンゾイックアシッド (B 成分) のカルボン酸部をエチル基でエステル化したビニルモノマー 12 ミリモルを添加することで合成を行った。重合反応の停止は、系内に 0.3% のアンモニア/メタノール溶液を加えて行い、エステル化させたカルボキシル基

50

は水酸化ナトリウム／メタノール溶液で加水分解させてカルボン酸型に変化させた。後は実施例 Y-1 と同様にして、ABジブロック共重合体（高分子分散剤 B）を得た。化合物の同定には、NMR および GPC を用いて行った（ $M_n = 3.5 \times 10^4$ 、 $M_n/M_w = 1.2$ ）。なお、得られた高分子分散剤の疎水性ブロック A 部と親水性ブロック B 部の溶解性パラメータをそれぞれ求めたところ  $17.8 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$  と  $24.9 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$  であった。

#### 【0077】

（色材分散体 Y-8 の作製）

C. I. ピグメントイエロー 138 の 1.0 部とアセトン 99.0 部を混合し、 $40^\circ\text{C}$  に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0 部に上記高分子分散剤 B の 1.0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトン除去し、色材分散体 Y-8 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

#### 【0078】

（インク Y-8 の作製）

・ 上記色材分散体 Y-8	40.0 部
・ グリセリン	5.0 部
・ ジエチレングリコール	10.0 部
・ 0.2% 塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・ 0.2% 塩化アルミニウム水溶液	1.0 部
・ イオン交換水	43.0 部

#### 【0079】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 4,600 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 6 であった。

#### 【0080】

〔実施例 Y-9〕

（高分子分散剤 C の作製）

疎水性ブロックと親水性ブロックからなる ABジブロック共重合体の合成：三方活栓を取り付けたガラス容器内を窒素置換した後、窒素ガス雰囲気下、 $250^\circ\text{C}$  で加熱し吸着水を除去した。系を室温に戻した後、疎水性モノマーとしてのイソブチルビニルエーテル 12 ミリモル、酢酸エチル 16 ミリモル、1-イソブトキシエチルアセテート 0.1 ミリモル、およびトルエン  $11 \text{ cm}^3$  を加え、系内温度が  $0^\circ\text{C}$  に達したところでエチルアルミニウムセスキクロライド 0.2 ミリモルを加え重合を開始し、ABジブロック共重合体の A ブロックを合成した。

#### 【0081】

分子量を時分割に分子ふるいカラムクロマトグラフィー（GPC）を用いてモニタリングし、A ブロックの重合が完了した後、親水性モノマーとしての 2-ヒドロキシエチルビニルエーテル（B ブロック）の水酸基をトリメチルクロロシランでシリル化したビニルモノマー 12 ミリモルを添加することで合成を行った。重合反応の停止は、系内に 0.3% のアンモニア／メタノール溶液を加えて行い、トリメチルクロロシランでシリル化した水酸基の加水分解は水を添加することで行った。反応を終えた混合溶液中にジクロロメタンを加え希釈し、0.6 N の塩酸溶液で 3 回、次いで蒸留水で 3 回洗浄し、エバポレーターで濃縮・乾固したものを真空乾燥させて ABジブロック共重合体（高分子分散剤 C）を得た。化合物の同定には、NMR および GPC を用いて行った（ $M_n = 3.7 \times 10^4$ 、 $M_n/M_w = 1.3$ ）。なお、得られた高分子分散剤の疎水性ブロック（A ブロック）と親水性ブロック（B ブロック）の溶解性パラメータをそれぞれ求めたところ、 $17.1 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$  と  $29.0 \text{ (J/cm}^3)^{1/2}$  であった。

## 【 0 0 8 2 】

(色材分散体 Y-9 の作製)

C. 1. ピグメントイエロー 120 の 1. 0 部とアセトン 99. 0 部を混合し、40℃ に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99. 0 部に上記高分子分散剤 C の 1. 0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10. 0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトン除去し、色材分散体 Y-9 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【 0 0 8 3 】

(インク Y-9 の作製)

・ 上記色材分散体 Y-9	60. 0 部
・ グリセリン	11. 0 部
・ エチレングリコール	9. 0 部
・ 0. 02% 塩化カルシウム水溶液	1. 0 部
・ 0. 01% 塩化アルミニウム水溶液	0. 2 部
・ イオン交換水	18. 8 部

10

## 【 0 0 8 4 】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 69, 000 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 900 であった。

20

## 【 0 0 8 5 】

[ 実施例 Y-10 ]

(色材分散体 Y-10 の作製)

実施例 Y-1 の色材を C. 1. ピグメントイエロー 175 に変更した以外は、全く実施例 Y-1 と同様にして、色材分散体 Y-10 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【 0 0 8 6 】

(インク Y-10 の作製)

・ 上記色材分散体 Y-10	50. 0 部
・ トリエチレングリコール	10. 0 部
・ トリプロピレングリコール	10. 0 部
・ 0. 2% 塩化カルシウム水溶液	1. 0 部
・ 0. 01% 水酸化アルミニウム水溶液	1. 0 部
・ イオン交換水	28. 0 部

30

## 【 0 0 8 7 】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 5, 800 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 90 であった。

40

## 【 0 0 8 8 】

[ 実施例 Y-11 ]

(色材分散体 Y-11 の作製)

実施例 Y-1 の色材を C. 1. ピグメントイエロー 183 に変更した以外は、全く実施例 Y-1 と同様にして、色材分散体 Y-11 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【 0 0 8 9 】

(インク Y-11 の作製)

50

・上記色材分散体 Y-11	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	28.0部

## 【0090】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：5、800であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：90であった。

10

## 【0091】

## [実施例 Y-12]

## (色材分散体 Y-12 の作製)

実施例 Y-1 の色材を C. I. ピグメントイエロー 184 に変更した以外は、全く実施例 Y-1 と同様にして、色材分散体 Y-12 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0092】

## (インク Y-12 の作製)

・上記色材分散体 Y-12	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	28.0部

20

## 【0093】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：5、800であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：90であった。

30

## 【0094】

## [比較例 Y-1]

## (色材分散体 Y-13 の作製)

実施例 Y-2 で使用した C. I. ピグメントイエロー 74 を使用し、高分子分散剤としてスチレン-マレイン酸ランダム共重合体（数平均分子量 10,000）を使用した以外は実施例 Y-1 と同様にして色材分散体 Y-13 を得た。

## 【0095】

## (インク Y-13 の作製)

・上記色材分散体 Y-13	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	28.0部

40

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

## 【0096】

## [比較例 Y-2]

## (色材分散体 Y-14 の作製)

実施例 Y-2 で使用した C. I. ピグメントイエロー 74 を使用し、高分子分散剤とし

50

て  $n$ -ブチルメタクリレート-メタクリル酸ブロック共重合体（数平均分子量 10,000）を使用した以外は実施例 Y-1 と同様にして色材分散体 Y-14 を得た。

#### 【0097】

（インク Y-14 の作製）

- ・上記色材分散体 Y-14 50.0 部
- ・トリエチレングリコール 10.0 部
- ・トリプロピレングリコール 10.0 部
- ・イオン交換水 30.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

#### 【0098】

〔比較例 Y-3〕

（色材分散体 Y-15 の作製）

実施例 Y-9 で使用した C. I. ピグメントイエロー 120 を使用し、分散剤としてポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル（HLB 12.9）を使用した以外は実施例 Y-1 と同様にして色材分散体 Y-15 を得た。

#### 【0099】

（インク Y-15 の作製）

- ・上記色材分散体 Y-15 50.0 部
- ・トリエチレングリコール 10.0 部
- ・トリプロピレングリコール 10.0 部
- ・イオン交換水 30.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

#### 【0100】

〔比較例 Y-4〕

（インク Y-16 の作製）

- ・C. I. アシッドイエロー 79 5.0 部
- ・トリプロピレングリコール 20.0 部
- ・イオン交換水 75.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

#### 【0101】

（評価）

実施例 Y-1 ～ 12 のインクと比較例 Y-1 ～ 4 のインクを、記録信号に応じた熱エネルギーをインクに付与することによりインクを吐出させるオンデマンド型マルチ記録ヘッドを有するインクジェット記録装置 BJF-660（キヤノン製）にそれぞれ搭載して、光沢紙 SP101（キヤノン製）に印字を行い、表 1 に記載の評価を行った。その結果、表 1 に記載したように、いずれの実施例のインクも比較例のインクに比べて吐出安定性が良好で画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。

#### 【0102】

10

20

30

表1：評価結果

	印字評価			
	吐出特性*1	画像特性*2	耐光性*3	耐水性*4
実施例 Y - 1	◎	◎	○	○
実施例 Y - 2	◎	◎	○	○
実施例 Y - 3	◎	◎	○	○
実施例 Y - 4	◎	◎	○	○
実施例 Y - 5	◎	◎	○	○
実施例 Y - 6	◎	◎	○	○
実施例 Y - 7	◎	◎	○	○
実施例 Y - 8	○	◎	○	○
実施例 Y - 9	○	○	○	○
実施例 Y - 10	◎	◎	○	○
実施例 Y - 11	◎	◎	○	○
実施例 Y - 12	◎	◎	○	○
比較例 Y - 1	×	×	△	△
比較例 Y - 2	△	△	△	○
比較例 Y - 3	×	×	△	△
比較例 Y - 4	○	○	×	×

10

20

30

40

50

## 【0103】

## \*1：吐出特性

各インクを60℃で1ヶ月間保管した後、5℃で湿度が10%の環境下において、100%ベタ画像を印字し1分間休止した後、再度100%ベタ画像を印字した画像を下記の評価基準で評価した。

◎：白スジが全く無く、正常に印字されている。

○：印字の最初の部分に僅かに白スジがみられる。

△：画像全体に白スジがみられる。

×：画像が殆ど印字されていない。

## 【0104】

## \*2：画像特性

各インクを60℃で1ヶ月間保管した後、5℃で湿度が10%の環境下において25m

m 間隔の方眼模様を印字し、印字した画像を下記の評価基準で評価した。

◎：顕微鏡で観察しても印字が全く乱れることなく、方眼模様は25mm間隔で正常に印字されている。

○：顕微鏡で観察すると一部に印字の乱れがみられるが、方眼模様は25mm間隔に印字されている。

△：肉眼でも一部に印字の乱れがみられ、方眼模様の一部が25mm間隔からずれている。

×：全体で印字の乱れが肉眼でみられ、方眼模様の全体が25mm間隔からずれている。

#### 【0105】

##### \*3：耐光性

印字物にキセノンランプを100時間照射した後の画像の反射濃度を測定し、耐光性試験前と耐光性試験後の反射濃度の残存率を求め耐水性の尺度とした。評価基準は下記の通りとした。

○：画像濃度の残存率が95%以上。

△：画像濃度の残存率が90%以上95%未満。

×：画像濃度の残存率が90%未満。

#### 【0106】

##### \*4：耐水性

印字から12時間以上放置後、印字物を5分間水道水中に静止し、水を乾燥させた後の画像の反射濃度を測定し、耐水性試験前と耐水性試験後の反射濃度の残存率を求め耐水性の尺度とした。評価基準は下記の通りとした。

○：画像濃度の残存率が90%以上。

△：画像濃度の残存率が80%以上90%未満。

×：画像濃度の残存率が80%未満。

#### 【0107】

##### <ブラック(Bk)インク>

高分子分散剤については、イエローインクに用いたと同じ高分子分散剤を使用した。

##### [実施例Bk-1]

##### (色材分散体Bk-1の作製)

C. I. ピグメントブラック7の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に前記高分子分散剤Aの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体Bk-1を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

#### 【0108】

##### (インクBk-1の作製)

・上記色材分散体Bk-1	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	28.0部

#### 【0109】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤=1：5、800であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤=1：90であった。

#### 【0110】



## [実施例 B k - 2]

## (色材分散体 B k - 2 の作製)

実施例 B k - 1 の色材を C. I. ピグメントブラック 1 に変更した以外は、全く実施例 B k - 1 と同様にして、色材分散体 B k - 2 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0111】

## (インク B k - 2 の作製)

・上記色材分散体 B k - 2	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・5.0%塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	0.3 部
・イオン交換水	28.7 部

10

## 【0112】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 230 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 290 であった。

20

## 【0113】

## [実施例 B k - 3]

## (色材分散体 B k - 3 の作製)

実施例 B k - 1 の色材を C. I. ピグメントブラック 10 に変更した以外は、全く実施例 B k - 1 と同様にして、色材分散体 B k - 3 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0114】

## (インク B k - 3 の作製)

・上記色材分散体 B k - 3	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・0.05%塩化カルシウム水溶液	0.5 部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	4.0 部
・イオン交換水	25.5 部

30

## 【0115】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 46,000 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 22 であった。

## 【0116】

## [実施例 B k - 4]

## (色材分散体 B k - 4 の作製)

C. I. ピグメントブラック 1 の 0.95 部および C. I. ピグメントイエロー 154 を 0.05 部とアセトン 99.0 部を混合し、40℃に加熱して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0 部に前記高分子分散剤 A の 1.0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 B k - 4 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

## 【0117】

50

(インク B k - 4 の作製)

・ 上記色材分散体 B k - 4	30.0部
・ トリエチレングリコール	10.0部
・ トリプロピレングリコール	10.0部
・ 0.05%塩化カルシウム水溶液	0.3部
・ 0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・ イオン交換水	48.7部

【0118】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：46，000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：53であった。

10

【0119】

[実施例 B k - 5]

(色材分散体 B k - 5 の作製)

C. I. ピグメントブラック 31 の 1.0部とアセトン 99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.9部に実施例 B k - 1 で使用した高分子分散剤 A 0.1部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 B k - 5 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

20

【0120】

(インク B k - 5 の作製)

・ 上記色材分散体 B k - 5	60.0部
・ トリエチレングリコール	10.0部
・ トリプロピレングリコール	10.0部
・ 0.1%硝酸カルシウム水溶液	1.0部
・ 0.01%水酸化アルミニウム水溶液	0.5部
・ イオン交換水	18.5部

30

【0121】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：2，200であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：23であった。

【0122】

[実施例 B k - 6]

(色材分散体 B k - 6 の作製)

C. I. ピグメントブラック 32 の 0.5部とアセトン 99.5部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0部に実施例 B k - 1 で使用した高分子分散剤 A の 1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 5.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 B k - 6 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

【0123】

(インク B k - 6 の作製)

・ 上記色材分散体 B k - 6	65.0部
・ トリエチレングリコール	10.0部
・ トリプロピレングリコール	10.0部

50

- ・ 1. 0 % 塩化マグネシウム水溶液 1. 0 部
- ・ 0. 0 1 % 水酸化アルミニウム水溶液 1. 0 部
- ・ イオン交換水 1 3. 0 部

## 【 0 1 2 4 】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のマグネシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、マグネシウム化合物：高分子分散剤＝1：3，900であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：210であった。

## 【 0 1 2 5 】

## [実施例 B k - 7]

(インク B k - 7 の作製)

- ・ 上記色材分散体 B k - 3 2 5. 0 部
- ・ トリエチレングリコール 1 0. 0 部
- ・ トリプロピレングリコール 1 0. 0 部
- ・ 0. 0 5 % 酸化カルシウム水溶液 2. 0 部
- ・ 0. 1 % 硝酸マグネシウム水溶液 1. 0 部
- ・ 0. 0 1 % 酸化アルミニウム水溶液 0. 5 部
- ・ イオン交換水 5 1. 5 部

## 【 0 1 2 6 】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物およびマグネシウム化合物の合計と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物＋マグネシウム化合物：高分子分散剤＝1：2，400であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：55であった。

## 【 0 1 2 7 】

## [実施例 B k - 8]

(色材分散体 B k - 7 の作製)

C. 1. ピグメントブラック 1 の 1. 0 部とアセトン 9 9. 0 部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 9 9. 0 部に前記高分子分散剤 B の 1. 0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 1 0. 0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 B k - 7 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【 0 1 2 8 】

(インク B k - 8 の作製)

- ・ 上記色材分散体 B k - 7 4 0. 0 部
- ・ グリセリン 5. 0 部
- ・ ジエチレングリコール 1 0. 0 部
- ・ 0. 2 % 塩化カルシウム水溶液 1. 0 部
- ・ 0. 2 % 塩化アルミニウム水溶液 1. 0 部
- ・ イオン交換水 4 3. 0 部

## 【 0 1 2 9 】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：4，600であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：6であった。

## 【 0 1 3 0 】

## [実施例 B k - 9]

(色材分散体 B k - 8 の作製)

C. 1. ピグメントブラック 7 の 1. 0 部とアセトン 9 9. 0 部を混合し、40℃に加

10

20

30

40

50

温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0 部に前記高分子分散剤 C の 1.0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 Bk-8 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

#### 【0131】

(インク Bk-9 の作製)

・上記色材分散体 Bk-8	60.0 部
・グリセリン	11.0 部
・エチレングリコール	9.0 部
・0.02% 塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・0.01% 塩化アルミニウム水溶液	0.2 部
・イオン交換水	18.8 部

10

#### 【0132】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 69,000 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 900 であった。

#### 【0133】

[比較例 Bk-1]

20

(色材分散体 Bk-9 の作製)

実施例 Bk-1 で使用した C. I. ピグメントブラック 7 を使用し、高分子分散剤としてスチレン-マレイン酸ランダム共重合体 (数平均分子量 10,000) を使用した以外は実施例 Bk-1 と同様にして色材分散体 Bk-9 を得た。

#### 【0134】

(インク Bk-10 の作製)

・上記色材分散体 Bk-9	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・0.2% 塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・0.01% 水酸化アルミニウム水溶液	1.0 部
・イオン交換水	28.0 部

30

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

#### 【0135】

[比較例 Bk-2]

(色材分散体 Bk-10 の作製)

実施例 Bk-1 で使用した C. I. ピグメントブラック 7 を使用し、高分子分散剤として n-ブチルメタクリレート-メタクリル酸ブロック共重合体 (数平均分子量 10,000) を使用した以外は実施例 Bk-1 と同様にして色材分散体 Bk-10 を得た。

#### 【0136】

40

(インク Bk-11 の作製)

・上記色材分散体 Bk-10	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・イオン交換水	30.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

#### 【0137】

[比較例 Bk-3]

(色材分散体 Bk-11 の作製)

実施例 Bk-2 で使用した C. I. ピグメントブラック 1 を使用し、分散剤としてポリ

50

オキシエチレンヘキサデシルエーテル (H L B 1 2 . 9) を使用した以外は実施例 B k - 1 と同様にして色材分散体 B k - 1 1 を得た。

【 0 1 3 8 】

(インク B k - 1 2 の作製)

- |                     |           |
|---------------------|-----------|
| ・ 上記色材分散体 B k - 1 1 | 5 0 . 0 部 |
| ・ トリエチレングリコール       | 1 0 . 0 部 |
| ・ トリプロピレングリコール      | 1 0 . 0 部 |
| ・ イオン交換水            | 3 0 . 0 部 |

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

【 0 1 3 9 】

[ 比較例 B k - 4 ]

(インク B k - 1 3 の作製)

- |                     |           |
|---------------------|-----------|
| ・ C . I . フードブラック 1 | 5 . 0 部   |
| ・ トリプロピレングリコール      | 2 0 . 0 部 |
| ・ イオン交換水            | 7 5 . 0 部 |

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

【 0 1 4 0 】

(評価)

イエローインクの場合と同様にして印字を行い、表 2 に記載の評価を行った。その結果、表 2 に記載したように、いずれの実施例のインクも比較例のインクに比べて吐出安定性が良好で画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。

【 0 1 4 1 】

表2：評価結果

	印字評価			
	吐出特性*1	画像特性*2	耐光性*3	耐水性*4
実施例 Bk - 1	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 2	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 3	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 4	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 5	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 6	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 7	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 8	○	◎	○	○
実施例 Bk - 9	○	○	○	○
比較例 Bk - 1	×	×	○	△
比較例 Bk - 2	△	△	○	△
比較例 Bk - 3	×	×	△	△
比較例 Bk - 4	○	○	×	×

10

20

30

40

50

## 【0142】

\*1：吐出特性（イエローインクの場合と同じ。）

\*2：画像特性（イエローインクの場合と同じ。）

\*3：耐光性

印字物にキセノンランプを100時間照射した後の画像の反射濃度を測定し、耐光性試験前と耐光性試験後の反射濃度の残存率を求め耐水性の尺度とした。評価基準は下記の通りとした。

○：画像濃度の残存率が90%以上。

△：画像濃度の残存率が80%以上90%未満。

×：画像濃度の残存率が80%未満。

\*4：耐水性（イエローインクの場合と同じ。）

## 【0143】

&lt;マゼンタ（M）インク&gt;

高分子分散剤については、イエローインクに用いたと同じ高分子分散剤を使用した。

[実施例M-1]

（色材分散体M-1の作製）

C. I. ピグメントレッド12の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に前記

高分子分散剤 A の 1.0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトン除去し、色材分散体 M-1 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0144】

(インク M-1 の作製)

・上記色材分散体 M-1	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0 部
・イオン交換水	28.0 部

10

## 【0145】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 5, 800 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 90 であった。

## 【0146】

[実施例 M-2]

(色材分散体 M-2 の作製)

実施例 M-1 の色材を C. I. ピグメントレッド 122 に変更した以外は、全く実施例 M-1 と同様にして、色材分散体 M-2 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

20

## 【0147】

(インク M-2 の作製)

・上記色材分散体 M-2	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・5.0%塩化カルシウム水溶液	1.0 部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	0.3 部
・イオン交換水	28.7 部

30

## 【0148】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 230 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 290 であった。

## 【0149】

[実施例 M-3]

(色材分散体 M-3 の作製)

実施例 M-1 の色材を C. I. ピグメントレッド 184 に変更した以外は、全く実施例 M-1 と同様にして、色材分散体 M-3 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

## 【0150】

(インク M-3 の作製)

・上記色材分散体 M-3	50.0 部
・トリエチレングリコール	10.0 部
・トリプロピレングリコール	10.0 部
・0.05%塩化カルシウム水溶液	0.5 部

50

- ・ 0.01%水酸化アルミニウム水溶液      4.0部
- ・ イオン交換水      25.5部

## 【0151】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：46,000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：22であった。

## 【0152】

## [実施例M-4]

## (色材分散体M-4の作製)

実施例M-1の色材をC. I. ピグメントレッド202に変更した以外は、全く実施例M-1と同様にして、色材分散体M-4を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0153】

## (インクM-4の作製)

- ・ 上記色材分散体M-4      30.0部
- ・ トリエチレングリコール      10.0部
- ・ トリプロピレングリコール      10.0部
- ・ 0.05%塩化カルシウム水溶液      0.3部
- ・ 0.01%水酸化アルミニウム水溶液      1.0部
- ・ イオン交換水      48.7部

## 【0154】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：46,000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：53であった。

## 【0155】

## [実施例M-5]

## (色材分散体M-5の作製)

C. I. ピグメントバイオレット19の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.9部に実施例M-1で使用した高分子分散剤A0.1部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体M-5を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0156】

## (インクM-5の作製)

- ・ 上記色材分散体M-5      60.0部
- ・ トリエチレングリコール      10.0部
- ・ トリプロピレングリコール      10.0部
- ・ 0.1%硝酸カルシウム水溶液      1.0部
- ・ 0.01%水酸化アルミニウム水溶液      0.5部
- ・ イオン交換水      18.5部

## 【0157】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：2,200であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：23であった。



## 【0158】

## [実施例M-6]

## (色材分散体M-6の作製)

C. I. ピグメントバイオレット32の0.5部とアセトン99.5部を混合し、40℃に加熱して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に実施例M-1で使用した高分子分散剤Aの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水5.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体M-6を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

10

## 【0159】

## (インクM-6の作製)

・上記色材分散体M-6	65.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・1.0%塩化マグネシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	13.0部

## 【0160】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のマグネシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、マグネシウム化合物：高分子分散剤=1：3，900であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤=1：210であった。

20

## 【0161】

## [実施例M-7]

## (インクM-7の作製)

・上記色材分散体M-2	25.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.05%酸化カルシウム水溶液	2.0部
・0.1%硝酸マグネシウム水溶液	1.0部
・0.01%酸化アルミニウム水溶液	0.5部
・イオン交換水	51.5部

30

## 【0162】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物およびマグネシウム化合物の合計と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物+マグネシウム化合物：高分子分散剤=1：2，400であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤=1：55であった。

## 【0163】

## [実施例M-8]

## (色材分散体M-7の作製)

C. I. ピグメントレッド184の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加熱して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に前記高分子分散剤Bの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体M-7を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

## 【0164】

## (インクM-8の作製)

50

・上記色材分散体M-7	40.0部
・グリセリン	5.0部
・ジェチレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.2%塩化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	43.0部

## 【0165】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：4，600であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：6であった。 10

## 【0166】

## [実施例M-9]

## (色材分散体M-8の作製)

C. I. ピグメントレッド122の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に前記高分子分散剤Cの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体M-8を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。 20

## 【0167】

## (インクM-9の作製)

・上記色材分散体M-8	60.0部
・グリセリン	11.0部
・エチレングリコール	9.0部
・0.02%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%塩化アルミニウム水溶液	0.2部
・イオン交換水	18.8部

## 【0168】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：69，000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：900であった。 30

## 【0169】

## [比較例M-1]

## (色材分散体M-9の作製)

実施例M-2で使用したC. I. ピグメントレッド122を使用し、高分子分散剤としてスチレン-マレイン酸ランダム共重合体（数平均分子量10,000）を使用した以外は実施例M-1と同様にして色材分散体M-9を得た。

## 【0170】

## (インクM-10の作製)

・上記色材分散体M-9	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	28.0部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

## 【0171】

## [比較例M-2]

40

50

## (色材分散体M-10の作製)

実施例M-2で使用したC. I. ピグメントレッド122を使用し、高分子分散剤としてn-ブチルメタクリレート-メタクリル酸ブロック共重合体(数平均分子量10,000)を使用した以外は実施例M-1と同様にして色材分散体M-10を得た。

## 【0172】

## (インクM-11の作製)

- ・上記色材分散体M-10 50.0部
- ・トリエチレングリコール 10.0部
- ・トリプロピレングリコール 10.0部
- ・イオン交換水 30.0部

10

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

## 【0173】

## [比較例M-3]

## (色材分散体M-11の作製)

実施例M-3で使用したC. I. ピグメントレッド184を使用し、分散剤としてポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル(HLB12.9)を使用した以外は実施例M-1と同様にして色材分散体M-11を得た。

## 【0174】

## (インクM-12の作製)

- ・上記色材分散体M-11 50.0部
- ・トリエチレングリコール 10.0部
- ・トリプロピレングリコール 10.0部
- ・イオン交換水 30.0部

20

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

## 【0175】

## [比較例M-4]

## (インクM-13の作製)

- ・C. I. ダイレクトレッド80 5.0部
- ・トリプロピレングリコール 20.0部
- ・イオン交換水 75.0部

30

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

## 【0176】

## (評価)

ブラックインクの場合と同じ方法および同じ基準にて表3に記載の評価を行った。その結果、表3に記載したように、いずれの実施例のインクも比較例のインクに比べて吐出安定性が良好で画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。

## 【0177】

表3：評価結果

	印字評価			
	吐出特性	画像特性	耐光性	耐水性
実施例 M-1	◎	◎	○	○
実施例 M-2	◎	◎	○	○
実施例 M-3	◎	◎	○	○
実施例 M-4	◎	◎	○	○
実施例 M-5	◎	◎	○	○
実施例 M-6	◎	◎	○	○
実施例 M-7	◎	◎	○	○
実施例 M-8	○	◎	○	○
実施例 M-9	○	○	○	○
比較例 M-1	×	×	△	△
比較例 M-2	△	△	△	○
比較例 M-3	×	×	△	△
比較例 M-4	○	○	×	×

10

20

30

## 【0178】

## &lt;シアン(C)インク&gt;

高分子分散剤については、イエローインクに用いたと同じ高分子分散剤を使用した。

## [実施例 C-1]

## (色材分散体 C-1 の作製)

C. I. ピグメントブルー16の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加熱して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に前記高分子分散剤Aの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体C-1を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

## 【0179】

## (インク C-1 の作製)

- ・上記色材分散体 C-1 50.0部
- ・トリエチレングリコール 10.0部
- ・トリプロピレングリコール 10.0部
- ・0.2%塩化カルシウム水溶液 1.0部
- ・0.01%水酸化アルミニウム水溶液 1.0部

50

・イオン交換水

28.0部

# 【0180】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：5，800であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：90であった。

# 【0181】

## [実施例C-2]

(色材分散体C-2の作製)

実施例C-1の色材をC. I. ピグメントブルー15：1に変更した以外は、全く実施例C-1と同様にして、色材分散体C-2を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

# 【0182】

(インクC-2の作製)

・上記色材分散体C-2	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・5.0%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	0.3部
・イオン交換水	28.7部

10

20

# 【0183】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：230であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：290であった。

# 【0184】

## [実施例C-3]

(色材分散体C-3の作製)

実施例C-1の色材をC. I. ピグメントブルー15：2に変更した以外は、全く実施例C-1と同様にして、色材分散体C-3を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

30

# 【0185】

(インクC-3の作製)

・上記色材分散体C-3	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.05%塩化カルシウム水溶液	0.5部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	4.0部
・イオン交換水	25.5部

40

# 【0186】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：46，000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：22であった。

# 【0187】

## [実施例C-4]

(色材分散体C-4の作製)

実施例C-1の色材をC. I. ピグメントブルー15：3に変更した以外は、全く実施

50

例 C-1 と同様にして、色材分散体 C-4 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

#### 【0188】

(インク C-4 の作製)

・ 上記色材分散体 C-4	30.0 部
・ トリエチレングリコール	10.0 部
・ トリプロピレングリコール	10.0 部
・ 0.05% 塩化カルシウム水溶液	0.3 部
・ 0.01% 水酸化アルミニウム水溶液	1.0 部
・ イオン交換水	48.7 部

10

#### 【0189】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 46,000 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 53 であった。

#### 【0190】

[実施例 C-5]

(色材分散体 C-5 の作製)

C. I. ピグメントブルー 15 : 4 の 1.0 部とアセトン 99.0 部を混合し、40℃ に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.9 部に実施例 C-1 で使用した高分子分散剤 A 0.1 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 C-5 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

20

#### 【0191】

(インク C-5 の作製)

・ 上記色材分散体 C-5	60.0 部
・ トリエチレングリコール	10.0 部
・ トリプロピレングリコール	10.0 部
・ 0.1% 硝酸カルシウム水溶液	1.0 部
・ 0.01% 水酸化アルミニウム水溶液	0.5 部
・ イオン交換水	18.5 部

30

#### 【0192】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 2,200 であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤 = 1 : 23 であった。

#### 【0193】

[実施例 C-6]

(色材分散体 C-6 の作製)

C. I. ピグメントブルー 15 : 6 の 0.5 部とアセトン 99.5 部を混合し、40℃ に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0 部に実施例 C-1 で使用した高分子分散剤 A の 1.0 部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 5.0 部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 C-6 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

40

#### 【0194】

50

## (インク C-6 の作製)

・上記色材分散体 C-6	65.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・1.0%塩化マグネシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	13.0部

## 【0195】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のマグネシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、マグネシウム化合物：高分子分散剤＝1：3，900であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：210であった。

10

## 【0196】

## [実施例 C-7]

## (色材分散体 C-7 の作製)

実施例 C-1 の色材を C. 1. ピグメントグリーン 7 に変更した以外は、全く実施例 C-1 と同様にして、色材分散体 C-7 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0197】

## (インク C-7 の作製)

・上記色材分散体 C-7	25.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.05%酸化カルシウム水溶液	2.0部
・0.1%硝酸マグネシウム水溶液	1.0部
・0.01%酸化アルミニウム水溶液	0.5部
・イオン交換水	51.5部

## 【0198】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物およびマグネシウム化合物の合計と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物＋マグネシウム化合物：高分子分散剤＝1：2，400であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：55であった。

20

30

## 【0199】

## [実施例 C-8]

## (色材分散体 C-8 の作製)

C. 1. ピグメントブルー 15：3 の 1.0部とアセトン 99.0部を混合し、40℃に加熱して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン 99.0部に前記高分子分散剤 B の 1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水 10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体 C-8 を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0200】

## (インク C-8 の作製)

・上記色材分散体 C-8	40.0部
・グリセリン	5.0部
・ジエチレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.2%塩化アルミニウム水溶液	1.0部

40

50

## ・イオン交換水

43.0部

## 【0201】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：4，600であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：6であった。

## 【0202】

## [実施例C-9]

## (色材分散体C-9の作製)

C. 1. ピグメントブルー15：6の1.0部とアセトン99.0部を混合し、40℃に加温して均一に混合するようによく攪拌した。この混合溶液を、アセトン99.0部に前記高分子分散剤Cの1.0部を溶解した溶液中に添加し混合した後、水10.0部を添加した。その後、ロータリーエバポレーターでアセトンを除去し、色材分散体C-9を得た。得られた色材分散体中のアセトンの濃度をガスクロマトグラフィーで分析したが、検出されず、色材分散体中には残留していないと判断される結果であった。

## 【0203】

## (インクC-9の作製)

・上記色材分散体C-9	60.0部
・グリセリン	11.0部
・エチレングリコール	9.0部
・0.02%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%塩化アルミニウム水溶液	0.2部
・イオン交換水	18.8部

## 【0204】

以上の成分を混合し、充分攪拌して、目的のインクを得た。得られたインク中のカルシウム化合物と高分子分散剤の質量比およびアルミニウム化合物と高分子分散剤のモル比をそれぞれ測定したところ、カルシウム化合物：高分子分散剤＝1：69，000であり、アルミニウム化合物：高分子分散剤＝1：900であった。

## 【0205】

## [比較例C-1]

## (色材分散体C-10の作製)

実施例C-1で使用したC. 1. ピグメントブルー16を使用し、高分子分散剤としてスチレン-マレイン酸ランダム共重合体(数平均分子量10,000)を使用した以外は実施例C-1と同様にして色材分散体C-10を得た。

## 【0206】

## (インクC-10の作製)

・上記色材分散体C-10	50.0部
・トリエチレングリコール	10.0部
・トリプロピレングリコール	10.0部
・0.2%塩化カルシウム水溶液	1.0部
・0.01%水酸化アルミニウム水溶液	1.0部
・イオン交換水	28.0部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

## 【0207】

## [比較例C-2]

## (色材分散体C-11の作製)

実施例C-4で使用したC. 1. ピグメントブルー15：3を使用し、高分子分散剤としてn-ブチルメタクリレート-メタクリル酸ブロック共重合体(数平均分子量10,000)を使用した以外は実施例C-1と同様にして色材分散体C-11を得た。

## 【0208】

10

20

30

40

50



(インク C-11 の作製)

- ・上記色材分散体 C-11 50.0 部
- ・トリエチレングリコール 10.0 部
- ・トリプロピレングリコール 10.0 部
- ・イオン交換水 30.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

【0209】

[比較例 C-3]

(色材分散体 C-12 の作製)

実施例 C-2 で使用した C. I. ピグメントブルー 15 : 1 を使用し、分散剤としてポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル (HLB 12.9) を使用した以外は実施例 C-1 と同様にして色材分散体 C-12 を得た。 10

【0210】

(インク C-12 の作製)

- ・上記色材分散体 C-12 50.0 部
- ・トリエチレングリコール 10.0 部
- ・トリプロピレングリコール 10.0 部
- ・イオン交換水 30.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

【0211】

[比較例 C-4]

(インク C-13 の作製)

- ・C. I. ダイレクトブルー 199 5.0 部
- ・トリプロピレングリコール 20.0 部
- ・イオン交換水 75.0 部

以上の成分を混合し、充分攪拌して、インクを得た。

【0212】

(評価)

前記イエローインクの場合と同じ方法および評価基準で表 4 に記載の評価を行った。その結果、表 4 に記載したように、いずれの実施例のインクも比較例のインクに比べて吐出安定性が良好で画像品位と堅牢性が良好な結果が得られた。 30

【0213】

表4：評価結果

	印字評価			
	吐出特性	画像特性	耐光性	耐水性
実施例C-1	◎	◎	○	○
実施例C-2	◎	◎	○	○
実施例C-3	◎	◎	○	○
実施例C-4	◎	◎	○	○
実施例C-5	◎	◎	○	○
実施例C-6	◎	◎	○	○
実施例C-7	◎	◎	○	○
実施例C-8	○	◎	○	○
実施例C-9	○	○	○	○
比較例C-1	×	×	△	△
比較例C-2	△	△	△	○
比較例C-3	×	×	△	△
比較例C-4	○	○	×	×

10

20

30

## 【産業上の利用可能性】

## 【0214】

以上説明したように、本発明によれば、高い堅牢性を有し品位に優れた画像をどのような場合でも長期にわたって安定して記録することのできるインクを提供することができ、さらには堅牢性と品位に優れた画像を記録し得るインクジェット記録方法、インクカートリッジおよびインクジェット記録装置を提供することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0215】

40

【図1】インクジェット記録装置のヘッドの1例を示す縦断面図である。

【図2】インクジェット記録装置のヘッドの1例を示す横断面図である。

【図3】図1に示したヘッドをマルチ化したヘッドの外観斜視図である。

【図4】インクジェット記録装置の1例を示す概略斜視図である。

【図5】インクカートリッジの1例を示す縦断面図である。

【図6】記録ユニットの1例を示す斜視図である。

【図7】インクジェット記録ヘッドの別の構成例を示す概略断面図である。

## 【符号の説明】

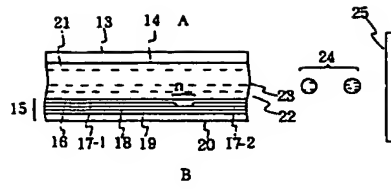
## 【0216】

13：ヘッド

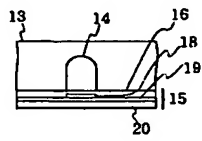
50

14 : インク溝	
15 : 発熱ヘッド	
16 : 保護膜	
17-1、17-2 : 電極	
18 : 発熱抵抗体層	
19 : 蓄熱層	
20 : 基板	
21 : インク	
22 : 吐出オリフィス (微細孔)	
23 : メニスカス	10
24 : インク小滴	
25 : 被記録材	
26 : マルチ溝	
27 : ガラス板	
28 : 発熱ヘッド	
40 : インク袋	
42 : 栓	
44 : インク吸収体	
45 : インクカートリッジ	
51 : 給紙部	20
52 : 紙送りローラー	
53 : 排紙ローラー	
61 : ブレード	
62 : キャップ	
63 : インク吸収体	
64 : 吐出回復部	
65 : 記録ヘッド	
66 : キャリッジ	
67 : ガイド軸	
68 : モーター	30
69 : ベルト	
70 : 記録ユニット	
71 : ヘッド部	
72 : 大気連通口	
80 : インク流路	
81 : オリフィスプレート	
82 : 振動板	
83 : 圧電素子	
84 : 基板	
85 : 吐出口	40

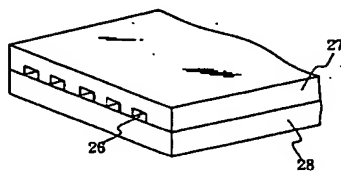
【図 1】



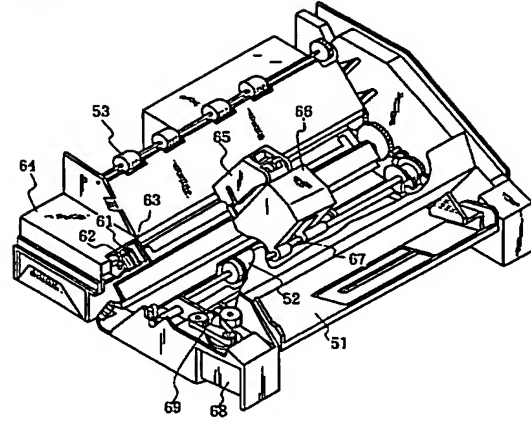
【図 2】



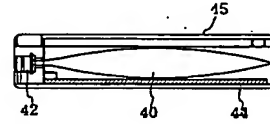
【図 3】



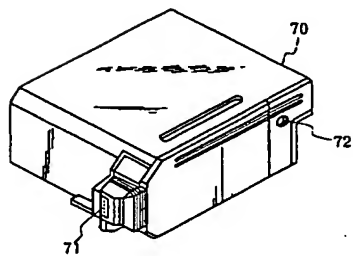
【図 4】



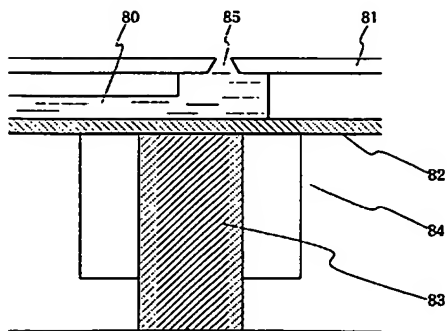
【図 5】



【図 6】



【図 7】



---

フロントページの続き

(72)発明者 橘 由紀子

茨城県水海道市坂手町 5 5 4 0 - 1 1 キヤノンファインテック株式会社内

(72)発明者 大川 隆行

茨城県水海道市坂手町 5 5 4 0 - 1 1 キヤノンファインテック株式会社内

(72)発明者 森岡 淳子

茨城県水海道市坂手町 5 5 4 0 - 1 1 キヤノンファインテック株式会社内

Fターム(参考) 2C056 EA04 EA13 FA03 FC01 FC02

2H086 BA01 BA53 BA55 BA59 BA62

4J039 BA07 BA10 BC07 BC11 BC12 BC13 BE01 BE02 BE22 GA24

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2005-120310

(43)Date of publication of application : 12.05.2005

(51)Int.Cl.

C09D 11/00

B41J 2/01

B41M 5/00

(21)Application number : 2003-359333

(71)Applicant : CANON FINETECH INC

(22)Date of filing : 20.10.2003

(72)Inventor : YAMAMOTO TOMOYA

INOUE HITOSHI

TACHIBANA YUKIKO

OKAWA TAKAYUKI

MORIOKA JUNKO

(54) INK FOR INKJET RECORDING, INKJET RECORDING METHOD, INK CARTRIDGE AND INKJET RECORDING DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide ink for inkjet recording which has high solidity and can record high-quality images stably for a long period of time in any case.

SOLUTION: The ink for inkjet recording contains a polymer dispersing agent, a water-insoluble color material, a water-soluble organic solvent and water. The polymer dispersing agent is a block copolymer which at least has at least one hydrophobic block and at least one hydrophilic block and whose individual block is constituted by vinyl ethers as its monomer. The water-insoluble color material is a predetermined pigment.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1]

A macromolecule dispersant, As a water-insoluble nature color material C. I. pigment yellow 3, the C.I. pigment yellow 74, the C.I. pigment yellow 93, the C.I. pigment yellow 95, the C.I. pigment yellow 109, the C.I. pigment yellow 120, C.I. pigment yellow 128, C. At least one sort, the water-soluble organic solvent which are chosen from the group which consists of I. pigment yellow 138, the C.I. pigment yellow 151, the C.I. pigment yellow 175, C.I. pigment yellow 183, and C.I. pigment yellow 184, In the ink for ink jet record containing water and this macromolecule dispersant Ink for ink jet record characterized by being the block copolymer with which it has at least one sort of hydrophobic blocks, and at least one sort of hydrophilic blocks at least, and each block consisted of vinyl ether as a monomer.

[Claim 2]

At least one sort chosen from the group which consists of the C.I. pigment black 1, the C.I. pigment black 7, the C.I. pigment black 10, C.I. pigment black 31, and C.I. pigment black 32 as a giant-molecule dispersant and a water-insoluble nature color material, In a water-soluble organic solvent and the ink for ink jet record containing water Ink for ink jet record characterized by this giant-molecule dispersant being the block copolymer with which it has at least one sort of hydrophobic blocks, and at least one sort of hydrophilic blocks at least, and each block consisted of vinyl ether as a monomer.

[Claim 3]

A macromolecule dispersant, As a water-insoluble nature color material C. At least one sort chosen from the group which consists of I. pigment red 12, the C.I. pigment red 122, the C.I. pigment red 184, the C.I. pigment red 202, C.I. pigment violet 19, and C.I. pigment violet 32, In a water-soluble organic solvent and the ink for ink jet record containing water Ink for ink jet record characterized by this giant-molecule dispersant being the block copolymer with which it has at least one sort of hydrophobic blocks, and at least one sort of hydrophilic blocks at least, and each block consisted of vinyl ether as a monomer.

[Claim 4]

A macromolecule dispersant, As a water-insoluble nature color material C. I. pigment blue 15:

## \* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[Field of the Invention]

[0001]

This invention relates to the ink for ink jet record (it only abbreviates to "ink" below), the ink jet record approach, an ink cartridge, and an ink jet recording device. It is related with the ink jet record approach, ink cartridge, and ink jet recording device using water color ink and this ink of the still more detailed color-material dispersing element to which regurgitation dependability was suitable for the high ink jet record with a good image property.

[Background of the Invention]

[0002]

Conventionally, water-insoluble nature color material, such as a pigment excellent in robustness, such as a water resisting property and lightfastness, is widely used as a coloring agent of printing ink. However, in order to use such water-insoluble nature color material as a color material of water color ink, it is required that water-insoluble nature color material should be stabilized and distributed in an aqueous medium. Therefore, the water color ink of a color-material dispersing element which dispersants, such as a high molecular compound and a surfactant, were added [ water color ink ] and made homogeneity distribute water-insoluble nature color material in an aqueous medium is used.

[0003]

In recent years, also in an ink jet record application, the water color ink of this color-material dispersing element is increasingly used as ink from the field of image robustness. In ink jet record, in order to raise fixable and the water resisting property of ink on space, the attempt which gives a condensation function and a water insolubilization function to the color-material particle in ink is taken. However, the distributed stability of the color-material particle in the inside of ink will fall, the blinding by ink desiccation occurs in the nozzle point of the ink-jet equipment which concentration unevenness generates in the image formed [ a color-material particle condenses and sedimentation becomes easy to generate ] during preservation of ink, and it has troubles, such as becoming easy for the regurgitation stability of ink to fall, by giving such a function to a color-material particle.

[0004]

In order to solve the above-mentioned trouble, by the patent reference 1, the ink containing the water-insoluble nature color material which has specific structure is proposed, but since only water-insoluble nature color material is taken into consideration, even if there is some effectiveness, there is a big problem in long-term ink preservation stability or regurgitation stability in an image property.

[0005]

Although the ink containing the macromolecule dispersant which has specific structure in a part for a non-dense water space is proposed by the patent reference 2 Since the amount of [ which has an ink medium and close relation / of a macromolecule dispersant ] hydrophilic part is not taking into consideration, Like the ink concentration by the nozzle point surely generated in case the distributed stability of the color-material particle at the time of the mothball of ink and



elevated-temperature preservation has the trouble of falling greatly and uses it for ink jet equipment When an ink presentation changes a lot, especially, the distributed stability of a color-material particle will fall and the regurgitation stability of ink will fall greatly. Moreover, when such ink is used for the ink jet recording device which makes ink fly with heat energy, it also has a problem of the color-material particle in ink condensing violently by generation of heat, and ink stopping being able to carry out the regurgitation.

[0006]

[Patent reference 1] JP,10-120956,B

[Patent reference 2] JP,2002-332440,A official report

[Description of the Invention]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

[0007]

The purpose of this invention is offering the ink which is stabilized and can record the image which was made in view of the above-mentioned trouble, has high robustness, and was excellent in grace over a long period of time by any cases, and is to offer the ink cartridge and the ink-jet recording device containing the ink-jet record approach which can record the image which was further excellent in robustness and grace, and such ink.

[Means for Solving the Problem]

[0008]

this invention persons found out that it was solvable with the following invention, as a result of inquiring wholeheartedly that the technical-problem point describing above should be solved. Namely, this invention is set in a macromolecule dispersant, water-insoluble nature color material, a water-soluble organic solvent, and the ink containing water. This giant-molecule dispersant has at least one sort of hydrophobic blocks, and at least one sort of hydrophilic blocks at least. Each block is the block copolymer which consisted of vinyl ether as a monomer. The above-mentioned water-insoluble nature color material C. I. pigment yellow 3, the C.I. pigment yellow 74, the C.I. pigment yellow 93, the C.I. pigment yellow 95, the C.I. pigment yellow 109, the C.I. pigment yellow 120, C.I. pigment yellow 128, C. At least one sort; chosen from the group which consists of I. pigment yellow 138, the C.I. pigment yellow 151, the C.I. pigment yellow 175, C.I. pigment yellow 183, and C.I. pigment yellow 184 C. At least one sort;C.I. pigment red 12 chosen from the group which consists of I. pigment black 1, the C.I. pigment black 7, the C.I. pigment black 10, C.I. pigment black 31, and C.I. pigment black 32, C. At least one sort; chosen from the group which consists of I. pigment red 122, the C.I. pigment red 184, the C.I. pigment red 202, C.I. pigment violet 19, and C.I. pigment violet 32 Or C.I. pigment blue 15: 1, C.I. pigment blue 15: The ink which is at least one sort chosen from 2, the C.I. pigment blue 15:3, the C.I. pigment blue 15:4, the C.I. pigment blue 15:6, the C.I. pigment blue 16, and the group that consists of C.I. pigment Green 7 is offered.

[0009]

In the ink of above-mentioned this invention, the total amount (A) of the containing-further-lime compound and/or magnesium compound; aforementioned lime compound and/or a magnesium compound contains in A:B=1:50,000-1:200 with the mass ratio to said macromolecule dispersant (B); it is desirable to contain an aluminium compound further.

[0010]

In the ink of above-mentioned this invention moreover, the hydrophilic block of said giant-molecule dispersant It consists of anionic vinyl ether.; the hydrophilic block of said giant-molecule dispersant It consists of nonionic vinyl ether.; The block with which the hydrophilic block of said giant-molecule dispersant consists of nonionic vinyl ether, Including-at least-the block which consists of anionic vinyl ether,, and said macromolecule dispersant It is desirable to be constituted at least in order of the block which consisted of hydrophobic vinyl ether, the block which consisted of nonionic hydrophilic vinyl ether, and the block which consisted of anionic hydrophilic vinyl ether.

[0011]

Moreover, this invention gives energy to ink and offers the ink jet record approach characterized by this ink being one ink of said this inventions in the ink jet record approach performed by

making this ink fly and giving a recorded material. As said energy, heat energy is desirable. Moreover, it is desirable that it is the recorded material which has the coating layer which receives ink in one [ at least ] field as said recorded material.

[0012]

Moreover, this invention offers the ink-jet recording device characterized by for this ink to be one ink of said this inventions in the ink cartridge equipped with the ink hold section which held ink in the ink-jet recording device equipped with the ink cartridge equipped with the ink hold section which held ink cartridge; and ink which are characterized by this ink being one ink of said this inventions, and the head section for making this ink breathe out.

[Effect of the Invention]

[0013]

According to this invention, the ink which is stabilized and can record the image which has high robustness and was excellent in grace over a long period of time by any cases can be offered, and the ink jet record approach, ink cartridge, and ink jet recording device which can record the image which was further excellent in robustness and grace can be offered.

[Best Mode of Carrying Out the Invention]

[0014]

Hereafter, this invention is explained to a detail.

In the ink in which this invention persons contain a macromolecule dispersant, water-insoluble nature color material, a water-soluble organic solvent, and water As a giant-molecule dispersant, it has at least one sort of hydrophobic blocks, and at least one sort of hydrophilic blocks at least. Each block uses the block copolymer which consisted of vinyl ether as a monomer. As a water-insoluble nature color material C. I. pigment yellow 3, the C.I. pigment yellow 74, the C.I. pigment yellow 93, the C.I. pigment yellow 95, the C.I. pigment yellow 109, the C.I. pigment yellow 120, C.I. pigment yellow 128, C. At least one sort; chosen from the group which consists of I. pigment yellow 138, the C.I. pigment yellow 151, the C.I. pigment yellow 175, C.I. pigment yellow 183, and C.I. pigment yellow 184 C. At least one sort; C.I. pigment red 12 chosen from the group which consists of I. pigment black 1, the C.I. pigment black 7, the C.I. pigment black 10, C.I. pigment black 31, and C.I. pigment black 32, C. At least one sort; chosen from the group which consists of I. pigment red 122, the C.I. pigment red 184, the C.I. pigment red 202, C.I. pigment violet 19, and C.I. pigment violet 32 Or C.I. pigment blue 15: At least one sort chosen from 1, the C.I. pigment blue 15:2, the C.I. pigment blue 15:3, the C.I. pigment blue 15:4, the C.I. pigment blue 15:6, the C.I. pigment blue 16, and the group that consists of C.I. pigment Green 7 It found out that the ink which it is stabilized and can record the image which has high robustness and was excellent in grace making it contain in ink by any cases could be offered.

[0015]

This is using the giant-molecule dispersant which consists of a block copolymer which includes at least one sort of hydrophobic blocks, and at least one sort of hydrophilic blocks at least as a giant-molecule dispersant. The hydrophobic block section of a giant-molecule dispersant is enabled to adhere to a color-material particle front face at homogeneity, a giant-molecule dispersant can cover a color-material particle to homogeneity, without a color-material particle being exposed to the external world, namely, it can encapsulate now. Under the present circumstances, since a hydrophobic block is polyvinyl ether which has much ether structures which come to carry out the polymerization of the vinyl ether as a monomer, an electrostatic interaction occurs between the hydrophobic block sections of the giant-molecule dispersant which adjoins the ether section of a hydrophobic block, i.e., it is between the hydrophobic blocks of giant-molecule dispersants, a physical binding action occurs, and it is thought that the stability of a capsule improves. For this reason, in order that this capsule condition may be maintained also in the image after record and a macromolecule dispersant may protect a color-material particle, it is thought compared with a case as a part of color-material particle is exposed to the external world that the robustness of a color-material particle improves.

[0016]

Moreover, since the hydrophilic section of a giant-molecule dispersant is blocked, the compatibility in the inside of an ink medium improves, compared with the giant-molecule

dispersant containing a hydrophobic radical of others by which the random polymerization is carried out, since the distributed stability of a color-material particle improves, condensation and sedimentation of a color-material particle stop being able to happen easily, and it is thought that the distributed stability of the color-material particle at the time of the mothball of ink also becomes good. Since it is polyvinyl ether which has much ether structures which come to carry out the polymerization of the vinyl ether as a monomer, the interaction during the hydrophilic block which constitutes the lateral part of the capsule (it may only be called a "capsule" below) of color material improves moderately, the configuration of the outside of a capsule is also stabilized, and a hydrophilic block as well as a hydrophobic block is considered that the whole capsule can maintain a uniform configuration now. for this reason, ink — warming — when the capsule configurations at the time etc. tend to change, in order for turbulence of the charge condition on the front face of a capsule to hardly occur but for the charge condition on the front face of a capsule to be maintained by homogeneity, the condensation and meeting of capsules by the electrostatic factor can be reduced greatly. By this, the distributed stability of the color-material particle at the time of elevated-temperature preservation of ink and a mothball improves, this capsule condition comes to be maintained by stability at the time of the regurgitation of ink jet record which used the heat energy with which the dispersibility of a color-material particle tends to become unstable as ink flight energy, and it is thought that the regurgitation stability of ink improves.

[0017]

Furthermore, this invention persons as a technical problem in the case of using the ink containing a color-material particle for an ink jet recording device If the moisture in ink evaporates [ ink after carrying out a mothball ] in the nozzle point of an ink jet head and ink is condensed When the distributed stability of a color-material particle examined wholeheartedly the technical problem that fell extremely and the blinding of a nozzle occurred, it found out that the hydrophobic block of the above-mentioned giant-molecule dispersant and the compatibility of color material became good by using the aforementioned pigment as a water-insoluble nature color material. Consequently, it made it possible to make stability breathe out ink over a long period of time, without the blinding of a nozzle also generating ink after carrying out a mothball at the time of the printing process of an ink jet printer that the moisture in ink evaporates so much.

[0018]

Hereafter, the component of the ink of this invention is explained to a detail.

(Water-insoluble nature color material)

As a water-insoluble nature color material used for the ink of this invention In the case of yellow ink, at least C. I. pigment yellow 3, the C.I. pigment yellow 74, the C.I. pigment yellow 93, the C.I. pigment yellow 95, the C.I. pigment yellow 109, the C.I. pigment yellow 120, C.I. pigment yellow 128, C. It is at least one sort chosen from the group which consists of I. pigment yellow 138, the C.I. pigment yellow 151, the C.I. pigment yellow 175, C.I. pigment yellow 183, and C.I. pigment yellow 184. Again In the case of black ink, it is at least one sort chosen from the group which consists of the C.I. pigment black 1, the C.I. pigment black 7, the C.I. pigment black 10, C.I. pigment black 31, and C.I. pigment black 32. Again In the case of Magenta ink C. I. pigment red 12, C. It is at least one sort chosen from the group which consists of I. pigment red 122, the C.I. pigment red 184, the C.I. pigment red 202, C.I. pigment violet 19, and C.I. pigment violet 32. Moreover, in the case of cyanogen ink C. I. pigment blue 15: 1, C.I. pigment blue 15: At least one sort chosen from 2, the C.I. pigment blue 15:3, the C.I. pigment blue 15:4, the C.I. pigment blue 15:6, the C.I. pigment blue 16, and the group that consists of C.I. pigment Green 7 is used. Such water-insoluble nature color material can also be used combining using two or more sorts besides using it independently, combining, and other pigments.

[0019]

the content in the ink of these water-insoluble nature color material — all ink mass — receiving — desirable — 0.1 to 20 mass % — it is 1.0 to 10 mass % more preferably. If it may be hard to obtain sufficient image concentration if the amount of color material forms an image in the ink of under 0.1 mass %, and the amount of color material exceeds 20 mass %, the fall of the

regurgitation stability of the ink by clogging in a nozzle etc. may take place. moreover, the content ratio in the ink of water-insoluble nature color material (A) and the above-mentioned macromolecule dispersant (B) — a solid content mass ratio — desirable — A:B=100:1-1:2 — it is desirable from the field of the regurgitation stability of ink, or preservation stability in it being 10:1-1:2 more preferably.

[0020]

Moreover, the regurgitation stability of ink improves further that the mean particle diameter of the particle a macromolecule dispersant and in the color-material dispersing element to form is desirable in ink, and 200nm or less of such water-insoluble nature color material is 100nm or less more preferably, and the color enhancement of a printing image also becomes good. As an approach of measuring the particle diameter of this color-material dispersing element, laser light scattering measurement, an X-ray-small-angle-scattering method, a sedimentation method, the approach of carrying out direct observation with an electron microscope, etc. are mentioned, for example.

[0021]

(Macromolecule dispersant)

As a giant-molecule dispersant used for the ink of this invention, it has at least one sort of hydrophilic blocks, and at least one sort of hydrophobic blocks, respectively, and can be used [ the thing which has two or more kinds of hydrophilic blocks, and two or more kinds of hydrophobic blocks, or ] that what is necessary is just the block copolymer with which each block consisted of vinyl ether, and that with which an independent block copolymer or two or more sorts of block copolymers were mixed can also be used. The gestalt of a copolymer has the desirable block copolymer of a straight chain mold, although a straight chain mold, a graft mold, etc. are mentioned.

[0022]

As for these polymers, it is desirable to have the repeat unit structure shown for example, by the following general formula (1).

$-(CH_2-CH(OR_1))-$  (1)

In the above-mentioned general formula (1), R1 expresses the aromatic hydrocarbon radical by which carbon atoms, such as aliphatic hydrocarbon like an alkyl group, an alkenyl radical, a cycloalkyl radical, or a cyclo alkenyl radical, a phenyl group, a pyridyl radical, benzyl, a toluyl radical, a xylyl group, an alkylphenyl radical, a phenyl alkylene group, a biphenyl radical, and a phenyl pyridyl radical, may be permuted by the nitrogen atom. Moreover, the hydrogen atom on a ring may be permuted by the hydrocarbon group. As for the carbon number of R1, 1-18 are desirable.

[0023]

Moreover, the radical expressed with  $-(CH(R_2)-CH(R_3)-O)_p-R_4$  or  $-(CH_2)_m-(O)_n-R_4$  is sufficient as R1. R2 and R3 express a hydrogen atom or a methyl group independently, respectively. In this case, R4 Aliphatic hydrocarbon like an alkyl group, an alkenyl radical, a cycloalkyl radical, or a cyclo alkenyl radical, A phenyl group, a pyridyl radical, benzyl, a toluyl radical, a xylyl group, an alkylphenyl radical, The aromatic hydrocarbon radical by which carbon atoms, such as a phenyl alkylene group, a biphenyl radical, and a phenyl pyridyl radical, may be permuted by the nitrogen atom (the hydrogen atom on a ring) Even if it permutes by the hydrocarbon group, good  $-CHO$ ,  $-CH_2CHO$ ,  $-$  Express  $CO-CH=CH_2$ ,  $-CO-C(CH_3)=CH_2$ ,  $-CH_2-CH=CH_2$ ,  $-CH_2-C(CH_3)=CH_2$ ,  $-CH_2-COOR_5$ , etc., and the hydrogen atom of these radicals is the possible range chemically. You may permute by halogen atoms, such as a fluorine, chlorine, and a bromine. As for the carbon number of R4, 3-18 are desirable. R5 is hydrogen or an alkyl group. As for p, 1-18 are desirable, as for m, 1-36 are desirable, and, as for n, it is desirable that it is 0 or 1.

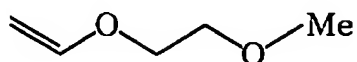
[0024]

In R1 and R5, as an alkyl group or an alkenyl radical, it is methyl, ethyl, propyl, isopropyl, n-butyl, sec-butyl, t-butyl, pentyl, hexyl, heptyl, octyl, nonyl, DESHIRU, dodecyl, tetradecyl, hexadecyl, octadecyl, oleyl, etc., and they are cyclo propyl, cyclo butyl, cyclopentyl, cyclohexyl, cyclo octyl, etc. as a cycloalkyl radical or a cyclo alkenyl radical, for example.

Although the structure of the monomer (I-a-I-o) and a polymer (II-a-II-e) is illustrated below, the polyvinyl ether structure where it is used for this invention is not limited to these.  
[0025]



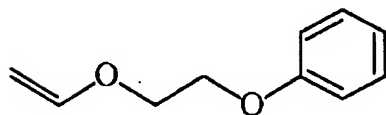
(I - a)



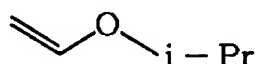
(I - b)



(I - c)



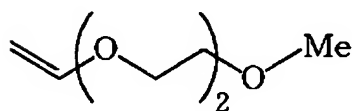
(I - d)



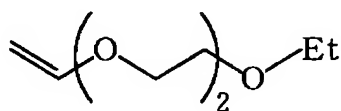
(I - e)



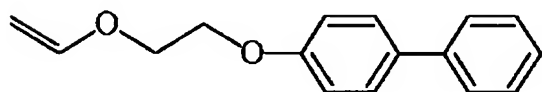
(I - f)



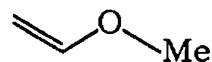
(I - g)



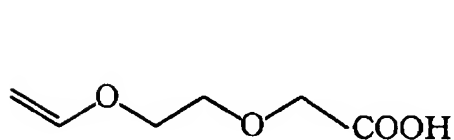
(I - h)



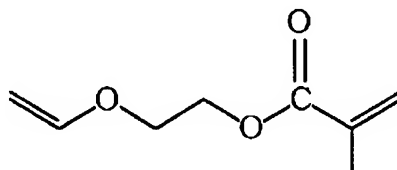
(I - i)



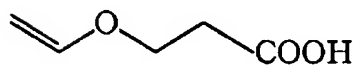
(I - j)



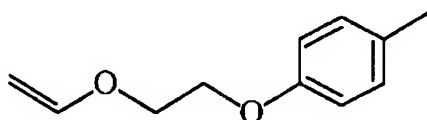
(I - k)



(I - l)



(I - m)

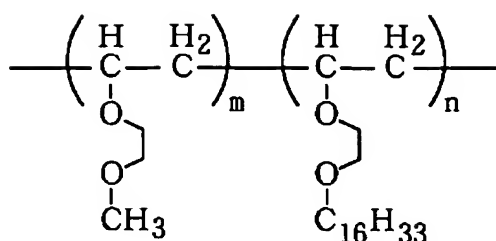


(I - n)

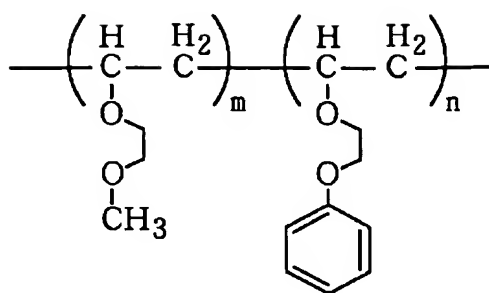


(I - o)

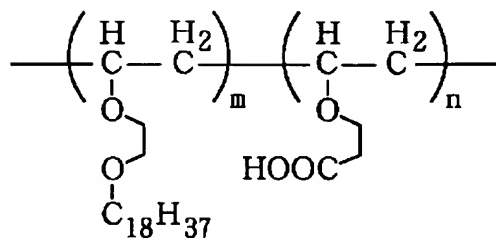
[0026]



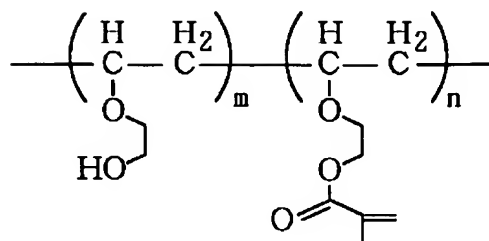
(II - a)



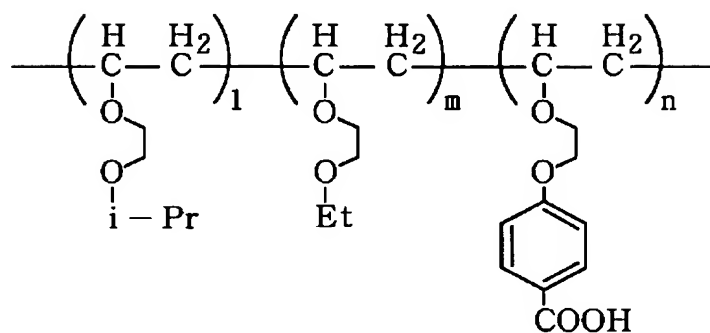
(II - b)



(II - c)



(II - d)



(II - e)

[0027]

Furthermore, as for the repeat number of unit (it sets to above-mentioned (II-a) - (II-e), and they are m, n, and l) of polyvinyl ether, it is desirable respectively independently that it is 1-10,000. Moreover, it is more desirable that the sum total is m+n+l, and 10-20,000 in (above-mentioned (II-a) - (II-e)). As for number average molecular weight, 500-20,000,000 are desirable, 1,000-5,000,000 are more desirable, and 2,000-2,000,000 are the most desirable. moreover, the rate that these macromolecule dispersants occupy in ink — all ink mass — receiving — desirable — 0.1 to 20 mass % — it is 0.5 to 10 mass % more preferably.

[0028]

Although especially the synthetic approach of a copolymer of having a vinyl ether system polymer block is not limited, the cation living polymerization (JP,11-322942,A, JP,11-322866,A) by Chingtao and others etc. is used suitably. The copolymer which consists of the homopolymer and the monomer of two or more components which arranged die length (molecular weight) correctly, and a polymer with still more various block copolymers, graft polymers, gradation polymers, etc. are compoundable by using a cation living polymerization method. Moreover,

polyvinyl ether can introduce various functional groups into the side chain.

[0029]

(Water-soluble organic solvent)

As a water-soluble organic solvent used for the ink of this invention, if it is a water-soluble organic solvent, it can be used without a limit and can be used also as a partially aromatic solvent of two or more sorts of water-soluble organic solvents. As long as it is liquefied when using it as such a partially aromatic solvent, and it mixes, the water-soluble solid organic compound may contain.

[0030]

Especially, it is harder coming to generate the blinding of the nozzle of an ink jet head that a water-soluble organic solvent is a water-soluble organic solvent which has the soluble parameter which is in the range of  $0.0 \rightarrow 10.0 (\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$  to the soluble parameter of the hydrophilic block section of a giant-molecule dispersant and is desirable. This soluble parameter ( $\delta (\text{J}/\text{cm}^3)^{1/2}$ ) is the value of the solvent proper which shows the solubility of the solvent which is expressed as a square root of the cohesive energy density of a solvent, and is computed from the formula of  $\delta = (\delta E / V)^{1/2}$  (inside of formula and  $\delta E$  is the molar heat of vaporization of a solvent, and  $V$  is the molar volume of a solvent). For example, water is [ $\delta = 25.7$  and the hexane of  $\delta = 47.0$  and ethanol ]  $\delta = 14.9$ . Moreover, the soluble parameters ( $\delta$ ) of a macromolecule dispersant are the value which is made into the soluble parameter of the soluble parameter = macromolecule of the solvent which gives the infinity solubility or the highest degree of swelling of a macromolecule dispersant and which was computed experimentally, and the value computed from the molecule cohesive energy of the functional group of a macromolecule dispersant. The approach of computing the soluble parameter ( $\delta$ ) of a macromolecule dispersant and a solvent from the molecule cohesive energy of a functional group  $\delta = (\delta E / V)^{1/2} = (\sum \delta E_{\text{ai}} / \sum \delta V_{\text{ai}})^{1/2}$  (for  $\delta E$ , each molar heat of vaporization and  $V$  are [ the evaporation energy ( $\text{J}/\text{mol}$ ) of each atomic group and  $\delta V_{\text{ai}}$  of each molar volume and  $\delta E_{\text{ai}}$  ] the molar volume ( $\text{cm}^3/\text{mol}$ ) of each atomic group among a formula.) The approach of computing from a formula is mentioned. In addition, the evaporation energy of an atomic group and the molar volume of an atomic group were computed using the value of Fedors.

[0031]

As such a water-soluble organic solvent, for example Methyl alcohol, ethyl alcohol, N-propyl alcohol, isopropyl alcohol, n-butyl alcohol, Lower alcohol, such as sec-butyl alcohol and tert-butyl alcohol; Ethylene glycol, A diethylene glycol, triethylene glycol, tetraethylene glycol, Propylene glycol, dipropylene glycol, tripropylene glycol, 1, 2-butanediol, 1,3-butanediol, 1,4-butanediol, Diols, such as thiodiglycol, 1, and 4-cyclohexane diol; A glycerol, 1, 2, 4-butane triol, 1 and 2, 6-hexane triol, Triol, such as 1, 2, and 5-pentanetriol; Trimethylol propane, Hindered alcohols, such as trimethylolethane, neopentyl glycol, and pentaerythritol; Ethylene glycol monomethyl ether, Ethylene glycol monoethyl ether, ethylene glycol mono-isopropyl ether, Ethylene glycol monoallyl ether, the diethylene-glycol monomethyl ether, Diethylene glycol monoethyl ether, the diethylene-glycol monobutyl ether, The TORIECHIRENGURIKORI monomethyl ether, the triethylene glycol monoethyl ether, Glycol ether, such as propylene glycol monomethyl ether and dipropylene glycol monomethyl ether; Dimethyl sulfo KISHIKIDO, Glycerol monoallyl ether, a polyethylene glycol, a N-methyl-2-pyrrolidone, 2-pyrrolidone, gamma-butyrolactone, 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, They are sulfolane, beta-dihydroxyethyl urea, urea, acetylacetone, dimethylformamide, dimethylacetamide, an acetone, diacetone alcohol, a tetrahydrofuran, dioxane, etc.

[0032]

Also in these, when the boiling point uses a water-soluble organic solvent 120 degrees C or more, since the ink concentration by the nozzle point is controlled, it is desirable. the rate of occupying in the ink of these water-soluble organic solvents — all ink mass — receiving — desirable — five to 50 mass % — it is ten to 30 mass % more preferably.

[0033]

Although the above is the indispensable component of the ink of this invention, various kinds of

additives, such as a surfactant, pH regulator, an antioxidant, and an antifungal agent, may be added in addition to these components. Thus, if a lime compound and/or a magnesium compound are made to contain in ink, since the mothball stability of ink and the regurgitation stability of ink will improve, it is desirable. The interaction of this of hydrophilic blocks improves according to the bridging effectiveness that the calcium ion which has divalent positive charge, and magnesium ion act on the ether group which has the negative charge of a hydrophilic block of a giant-molecule dispersant, and the configuration of the outside of the capsule of the color-material particle which the hydrophilic block section constitutes is stabilized. for this reason, ink — warming — since the whole capsule is maintained in a uniform configuration when the capsule configurations at the time etc. tend to become unstable, the charge condition on the front face of a capsule is maintained by homogeneity, without turbulence of the charge condition on the front face of a capsule hardly occurring, and it is considered since the condensation and meeting of capsules by the electrostatic factor come to be reduced greatly.

[0034]

As a content in the ink of such a lime compound or a magnesium compound, to a macromolecule dispersant (B), the range of A:B=1:100, and 000-1:100, and since preservation stability improves more that it is the range of 1:50,000-1:200 more preferably, the total amount (A) of a lime compound and a magnesium compound is preferably desirable at a mass ratio. If [ than the case where the improvement effectiveness of the preservation stability of a color-material dispersing element will decrease if there are few contents of a lime compound and a magnesium compound than 1:100 and 000, and 1:100 ] more, it will become easy to generate the blinding in the nozzle of ink. As an example of a desirable lime compound or a magnesium compound, a calcium chloride, a magnesium chloride, a calcium nitrate, a magnesium nitrate, a calcium sulfate, magnesium sulfate, a calcium hydroxide, a magnesium hydroxide, a calcium oxide, a magnesium oxide, etc. are mentioned to adding in ink.

[0035]

Moreover, when an aluminium compound is made to contain in ink, since an aluminium compound acts on a hydrophobic block and a hydrophilic block of a giant-molecule dispersant, association of giant-molecule dispersants is raised and the capsule of a giant-molecule dispersant is stabilized more, it is desirable. This is that the aluminium compound which has positive charge on a front face acts on the ether group which has the negative charge of a hydrophobic block or a hydrophilic block like the case of the above-mentioned lime compound or a magnesium compound, and is because the interaction between hydrophobic blocks and during a hydrophilic block is raised moderately and the stability of a capsule improves. When it uses together with an above-mentioned lime compound and an above-mentioned magnesium compound, since the stability of an aluminium compound [ such ] of a capsule improves further, it is desirable.

[0036]

As a content of this aluminium compound, in ink, the mole ratio of an aluminium compound (A) and a macromolecule dispersant (B) is preferably desirable, in order that the stability of a capsule may improve more that it is 1:300 - 1:20 more preferably, A:B=1:3,000-5:1 and. If [ than the case where the improvement effectiveness of the stability of a capsule will decrease if there are few contents of an aluminium compound than 1:3,000, and 5:1 ] more, it will become easy to generate the blinding of a nozzle. As an example of a desirable aluminium compound, an aluminum chloride, an aluminium nitrate, an aluminum sulfate, an aluminum hydroxide, an aluminum oxide, etc. are mentioned to adding in ink.

[0037]

The ink jet record approach of this invention is using the above-mentioned ink for the ink jet record approach performed by giving energy to ink and making ink fly. As energy, although heat energy and mechanical energy can be used, the case where heat energy is used is desirable.

[0038]

In the ink jet record approach of this invention, although a recorded material is not limited, the recorded material which has the coating layer which receives ink in one [ at least ] field called the paper only for the so-called ink jets is used preferably. The recorded material which has the coating layer which receives ink as a recorded material with a coating layer in one [ which



contained the hydrophilic polymer and/or the inorganic porous body at least / at least ] field is desirable.

[0039]

Next, one example of the suitable ink jet recording device of this invention to record using the ink of above-mentioned this invention is explained below.

[0040]

(Ink jet recording device using heat energy)

First, one example of the head configuration which is the principal part using heat energy of an ink jet recording device is shown in drawing 1 and drawing 2. Drawing 1 is the sectional view of a head 13 along ink passage, and drawing 2 R> 2 is a cutting plane Fig. in the A-B line of drawing 1. A head 13 pastes up the glass and the ceramic which have the passage (nozzle) 14 which lets ink pass, silicon or a plastic sheet, and the heater element substrate 15, and is obtained. The heater element substrate 15 consists of a substrate 20 formed with the good ingredient of heat dissipation nature, such as the accumulation layer 19 formed with the exoergic resistor layer 18 formed from refractory materials, such as the electrode 17-1 formed with the protective layer 16 formed with silicon oxide, silicon nitride, carbonization silicon, etc., aluminum, gold, an aluminum-copper alloy, etc. and 17-2, HfB<sub>2</sub> and TaN, and TaAl, thermal oxidation silicon, an aluminum oxide, etc., silicon, aluminum and alumimium nitride

[0041]

If a pulse-like electrical signal is impressed to the electrode 17-1 of the above-mentioned head 13, and 17-2, the field shown by n of the heater element substrate 15 will generate heat quickly, and air bubbles are generated in the ink 21 which is in contact with this front face, by that pressure, a meniscus 23 lets a projection pass, ink 21 lets the nozzle 14 of a head pass, and it becomes the ink globule 24 from discharge and the regurgitation orifice 22, and to a recorded material 25, is it Mukai and will fly. The external view of one example of the multi-head which put in order many heads shown in drawing 1 is shown in drawing 3. This multi-head pastes up the same exoergic head 28 as the glass plate 27 which has the multi-nozzle 26, and the thing explained to drawing 1, and is made.

[0042]

One example of the ink jet recording device which included this head in drawing 4 is shown. In drawing 4, 61 is a blade as a wiping member, maintenance immobilization is carried out by the blade attachment component, and the end makes the gestalt of a cantilever. A blade 61 is held with the gestalt which it has been arranged in the location contiguous to the record section by the recording head 65, and was projected in the moving trucking of a recording head 65 in this example.

[0043]

62 is the cap of protrusion \*\*\*\* of a recording head 65, it is arranged at the home position which adjoins a blade 61, moves in the direction perpendicular to the migration direction of a recording head 65, contacts an ink delivery side, and is equipped with the configuration which performs capping. Furthermore, 63 is an ink absorber which adjoins a blade 61 and is formed, and is held like a blade 61 with the gestalt projected in the moving trucking of a recording head 65. The regurgitation recovery section 64 is constituted by the above-mentioned blade 61, cap 62, and the ink absorber 63, and removal of moisture, dust, etc. is performed to a delivery side by a blade 61 and the ink absorber 63.

[0044]

The recording head which records on the recorded material which counters the delivery side which 65 has a regurgitation energy generation means and allotted the delivery by breathing out ink, and 66 are the carriage for carrying a recording head 65 and moving a recording head 65. Carriage 66 engaged with the guide shaft 67 possible [ sliding ], and has connected a part of carriage 66 with \*\* RUTO 69 driven by the motor 68 (un-illustrating). Thereby, carriage 66 becomes movable [ in alignment with the guide shaft 67 ], and becomes movable [ the record section by the recording head 65, and its adjoining field ].

[0045]

A paper supplying part for 51 to insert a recorded material and 52 are paper feed rollers driven

by the non-illustrated motor. A recorded material is fed to the location which counters with the delivery side of a recording head 65 by these configurations, and paper is delivered to the delivery unit which arranged the delivery roller 53 as record advances. In case a recording head 65 carries out record termination and returns to a home position in the above configuration, although the cap 62 of the regurgitation recovery section 64 is evacuated from the moving trucking of a recording head 65, the blade 61 is projected in moving trucking. Consequently, wiping of the delivery of a recording head 65 is carried out.

[0046]

In addition, when cap 62 performs capping in contact with the regurgitation side of a recording head 65, cap 62 moves so that it may project in the moving trucking of a recording head. \*\*\*\* and the cap 62 which a recording head 65 moves to a recording start location from a home position, and a blade 61 are in the same location as the location at the time of the above-mentioned wiping. Consequently, also in this migration, wiping of the delivery side of a recording head 65 is carried out. Migration at the home position of an above-mentioned recording head moves to the home position which adjoined the record section at the predetermined spacing, not only the time of record termination and regurgitation recovery but while moving in a record section for record of a recording head, and the above-mentioned wiping is performed with this migration.

[0047]

Drawing 5 is drawing showing one example of the ink cartridge which held the ink supplied to a recording head through ink feed zone material, for example, a tube. 40 is the ink hold section which contained the ink for supply, for example, an ink bag, and the plug 42 made of rubber is formed at the tip here. By inserting a needle (un-illustrating) in this plug 42, supply of the ink in the ink bag 40 on a head is enabled. 44 is an ink absorber which receives waste ink. That in which the liquid-facing surface with ink is formed with polyolefine, especially polyethylene as the ink hold section is desirable.

[0048]

It is used suitable not only for that from which the head and the ink cartridge became another object as mentioned above but the thing with which they as show drawing 6 were united as an ink jet recording apparatus used by this invention. In drawing 6, 70 is a record unit, the ink hold section which held ink into this, for example, an ink absorber, is contained, and the ink in this ink absorber has composition breathed out as an ink droplet from the head section 71 which has two or more orifices. It is desirable for this invention to use polyurethane as an ingredient of an ink absorber. Moreover, structure which is the ink bag with which the ink hold section taught the spring etc. to the interior not using the ink absorber is sufficient. 72 is atmospheric-air free passage opening for making atmospheric air open the interior of a cartridge for free passage. This record unit 70 is changed and used for the recording head 65 shown in drawing 4, and attachment and detachment of it are attained to carriage 66.

[0049]

(Ink jet recording device using mechanical energy)

Next, it can have ink which fills the perimeter of the nozzle formation substrate which has two or more nozzles, the pressure generating component which consists of piezoelectric material which counters a nozzle and is arranged, and an electrical conducting material, and this pressure generating component as one with a desirable ink jet recording device using mechanical energy, the variation rate of the pressure generating component can be carried out with applied voltage, and the on-demand ink jet recording head which makes the small drop of ink breathe out from a nozzle can be mentioned. One example of the configuration of the recording head which is the principal part of the recording device is shown in drawing 7.

[0050]

It is joined to the ink passage 80 which was open for free passage in the ink room (un-illustrating), the orifice plate 81 for carrying out the regurgitation of the ink droplet of the desired volume, the diaphragm 82 which makes a direct pressure act on ink, and this diaphragm 82, and the head consists of a piezoelectric device 83 displaced with an electrical signal, and a substrate 84 for carrying out directions immobilization of an orifice plate 81, the diaphragm 82, etc.

[0051]

In drawing 7, the ink passage 80 is formed with a photopolymer etc., a delivery 85 is formed by punching according [ an orifice plate 81 ] metals, such as stainless steel and nickel, to electrocasting or press working of sheet metal etc., a diaphragm 82 is formed with a metal film, high elasticity resin films, etc., such as stainless steel, nickel, and titanium, and a piezoelectric device 83 is formed with dielectric materials, such as barium titanate and PZT. The recording head of the above configurations gives a pulse-like electrical potential difference to a piezoelectric device 83, generates distortion stress, and is made to transform the diaphragm 82 with which the energy was joined to the piezoelectric device 83, and it operates so that it may record by pressurizing the ink in the ink passage 80 perpendicularly, and breathing out an ink droplet (un-illustrating) from the delivery 85 of an orifice plate 81. Such a recording head is used including in the same ink jet recording device as what was shown in drawing 4. Actuation of the details of an ink jet recording device is not performed like point \*\*, and does not interfere.

[Example]

[0052]

Hereafter, this invention is explained to a detail based on an example. This invention is not limited to these examples. In addition, there are mass criteria among a sentence with the "section" and "%."

<Yellow (Y) ink>

[Example Y-1]

(Production of the macromolecule dispersant A)

Composition of the ABC triblock copolymer which consists of a hydrophobic block and two hydrophilic blocks: After carrying out the nitrogen purge of the inside of the glassware furnished with the Mikata stopper cock, it heated at 250 degrees C under nitrogen-gas-atmosphere mind, and the water of adsorption was removed. After returning a system to a room temperature, 2-(n-OKUTADEKANOKISHI) ethyl-vinyl-ether 12 millimol as a hydrophobic monomer, ethyl-acetate 16 millimol, and toluene 11cm<sup>3</sup> were added, ethylaluminiumsesquichloride 0.2 millimol was added in the place where whenever [ system internal temperature ] amounted to 0 degree C, the polymerization was started, and A component of an ABC triblock copolymer was compounded.

[0053]

After using the molecular sieve column chromatography (GPC) for time sharing, carrying out monitoring of the molecular weight to it and completing the polymerization of A component, subsequently 2-(2-(2-(2-methoxyethoxy) ethoxy) ethoxy) ethoxy vinyl ether (B component) 24 millimol as a hydrophilic monomer was added, and the polymerization was continued. 6-(2-BINIROKISHI ethoxy) hexano IKKU as a hydrophilic-property monomer after carrying out monitoring of the molecular weight by GPC similarly and completing the polymerization of B component — it compounded by adding vinyl monomer 12 millimol which esterified the carboxylic-acid section [ being acid (C component) ] by the ethyl group. It was made to hydrolyze with a sodium hydroxide / methanol solution, and the carboxyl group which a halt of a polymerization reaction added the ammonia / methanol solution of 0.3 mass % in the system, performed it, and was made to esterify was changed to the carboxylic-acid mold. Dichloromethane was added and diluted in the mixed solution which finished the reaction, by the 0.6-N solution of hydrochloric acid, 3 times, subsequently distilled water washed 3 times, the vacuum drying of what condensed and hardened by drying by the evaporator was carried out, and the ABC triblock copolymer (macromolecule dispersant A) was obtained. It carried out to identification of a compound using NMR and GPC ( $M_n=3.7 \times 10^4$ ,  $M_n/M_w=1.2$ ). In addition, when asked for the obtained soluble parameter of the hydrophobic block A section of a giant-molecule dispersant, and the hydrophilic block BC section, respectively, it was 17.5(J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>, and 19.8 (J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>.

[0054]

(Production of the color-material dispersing element Y-1)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment yellow 3 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of the above-mentioned

macromolecule dispersant A in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element Y-1 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0055]

(Production of ink Y-1)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-1 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0056]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:90.

[0057]

[Example Y-2]

(Production of the color-material dispersing element Y-2)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 74, the color-material dispersing element Y-2 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0058]

(Production of ink Y-2)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-2 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 5.0% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.3 sections
- Ion exchange water The 28.7 sections

[0059]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:230 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:290.

[0060]

[Example Y-3]

(Production of the color-material dispersing element Y-3)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 93, the color-material dispersing element Y-3 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0061]

(Production of ink Y-3)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-3 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections

- 0.05% calcium chloride water solution The 0.5 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 4.0 sections
- Ion exchange water The 25.5 sections

[0062]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:22.

[0063]

[Example Y-4]

(Production of the color-material dispersing element Y-4)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 95, the color-material dispersing element Y-4 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0064]

(Production of ink Y-4)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-4 The 30.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.3 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 48.7 sections

[0065]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:53.

[0066]

[Example Y-5]

(Production of the color-material dispersing element Y-5)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment yellow 109 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the macromolecule dispersant A0.1 section which used this mixed solution for the acetone 99.9 section in the example Y-1, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element Y-5 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0067]

(Production of ink Y-5)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-5 The 60.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.1% calcium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 18.5 sections

[0068]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was

lime compound:macromolecule dispersant =1:2,200 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:23.

[0069]

[Example Y-6]

(Production of the color-material dispersing element Y-6)

C. It stirred well so that the 0.5 sections of I. pigment yellow 151 and the acetone 99.5 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the 1.0 sections of the macromolecule dispersant A which used this mixed solution for the acetone 99.0 section in the example Y-1, the water 5.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element Y-6 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0070]

(Production of ink Y-6)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-6 The 65.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 1.0% magnesium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 13.0 sections

[0071]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the magnesium compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was magnesium compound:macromolecule dispersant =1:3,900 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:210.

[0072]

[Example Y-7]

(Production of the color-material dispersing element Y-7)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 128, the color-material dispersing element Y-7 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0073]

(Production of ink Y-7)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-7 The 25.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium-oxide water solution The 2.0 sections
- 0.1% magnesium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-oxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 51.5 sections

[0074]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the sum total of the lime compound in the obtained ink and a magnesium compound, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound + magnesium compound:macromolecule dispersant =1:2,400, and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:55.

[0075]

[Example Y-8]

(Production of the macromolecule dispersant B)

AB which consists of a hydrophobic block and a hydrophilic block — a jib — composition [ of a lock copolymer ]: — after carrying out the nitrogen purge of the inside of the glassware furnished with the Mikata stopper cock, it heated at 250 degrees C under nitrogen-gas-atmosphere mind, and the water of adsorption was removed. the place where 2-deca NOKISHI ethyl-vinyl-ether 12 millimol as a hydrophobic monomer, ethyl-acetate 16 millimol, 1-iso butoxy ethyl acetate 0.1 millimol, and toluene 11cm<sup>3</sup> were added at, and whenever [ system internal temperature ] amounted to 0 degree C after returning a system to a room temperature — ethylaluminiumsesquichloride 0.2 millimol — adding — a polymerization — starting — AB — a jib — A component of a lock copolymer was compounded.

[0076]

After using the molecular sieve column chromatography (GPC) for time sharing, carrying out monitoring of the molecular weight to it and completing the polymerization of A component, it compounded by adding vinyl monomer 12 millimol which subsequently esterified the carboxylic-acid section of 4-(2-BINIROKISHI ethoxy) benzoic acid (B component) as a hydrophilic monomer by the ethyl group. It was made to hydrolyze with a sodium hydroxide / methanol solution, and the carboxyl group which a halt of a polymerization reaction added 0.3% of ammonia / methanol solution in the system, performed it, and was made to esterify was changed to the carboxylic-acid mold. after — an example Y-1 — the same — carrying out — AB — a jib — the lock copolymer (macromolecule dispersant B) was obtained. It carried out to identification of a compound using NMR and GPC ( $M_n=3.5 \times 10^4$ ,  $M_n/M_w=1.2$ ). In addition, when asked for the obtained soluble parameter of the hydrophobic block A section of a giant-molecule dispersant, and the hydrophilic block B section, respectively, it was 17.8(J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>, and 24.9(J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>.

[0077]

(Production of the color-material dispersing element Y-8)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment yellow 138 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of the above-mentioned macromolecule dispersant B in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element Y-8 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0078]

(Production of ink Y-8)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-8 The 40.0 sections
- Glycerol The 5.0 sections
- Diethylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.2% aluminum chloride water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 43.0 sections

[0079]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:4,600 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:6.

[0080]

[Example Y-9]

(Production of the macromolecule dispersant C)

AB which consists of a hydrophobic block and a hydrophilic block — a jib — composition [ of a lock copolymer ]: — after carrying out the nitrogen purge of the inside of the glassware furnished with the Mikata stopper cock, under nitrogen-gas-atmosphere mind, it heated at 250 degrees C and the water of adsorption was removed. the place where isobutyl vinyl ether 12 millimol as a hydrophobic monomer, ethyl-acetate 16 millimol, 1-iso butoxy ethyl acetate 0.1

millimol, and toluene 11cm<sup>3</sup> were added at, and whenever [ system internal temperature ] amounted to 0 degree C after returning a system to a room temperature — ethylaluminiumsесquichloride 0.2 millimol — adding — a polymerization — starting — AB — a jib — A blocks of a lock copolymer were compounded.

[0081]

After using the molecular sieve column chromatography (GPC) for time sharing, carrying out monitoring of the molecular weight to it and completing an A-block polymerization, it compounded by adding vinyl monomer 12 millimol which silanized the hydroxyl group of 2-hydroxyethyl vinyl ether (B blocks) as a hydrophilic monomer by trimethylchlorosilane. A halt of a polymerization reaction was performed by having added 0.3% of ammonia / methanol solution in the system, and hydrolysis of the hydroxyl group which silanized by trimethylchlorosilane was performed by adding water. the vacuum drying of what added and diluted dichloromethane in the mixed solution which finished the reaction, subsequently washed 3 times with distilled water 3 times by the 0.6-N solution of hydrochloric acid, and condensed and hardened by drying by the evaporator is carried out — making — AB — a jib — the lock copolymer (macromolecule dispersant C) was obtained. It carried out to identification of a compound using NMR and GPC ( $M_n=3.7 \times 10^4$ ,  $M_n/M_w=1.3$ ). In addition, when asked for the soluble parameter of the hydrophobic block (A blocks) of the obtained giant-molecule dispersant, and a hydrophilic block (B blocks), respectively, it was 17.1(J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>, and 29.0(J/cm<sup>3</sup>)<sup>1/2</sup>.

[0082]

(Production of the color-material dispersing element Y-9)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment yellow 120 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of the above-mentioned macromolecule dispersant C in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element Y-9 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0083]

(Production of ink Y-9)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-9 The 60.0 sections
- Glycerol The 11.0 sections
- Ethylene glycol The 9.0 sections
- 0.02% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum chloride water solution The 0.2 sections
- Ion exchange water The 18.8 sections

[0084]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:69,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:900.

[0085]

[Example Y-10]

(Production of the color-material dispersing element Y-10)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 175, the color-material dispersing element Y-10 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0086]

(Production of ink Y-10)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-10 The 50.0 sections



- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0087]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:90.

[0088]

[Example Y-11]

(Production of the color-material dispersing element Y-11)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 183, the color-material dispersing element Y-11 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0089]

(Production of ink Y-11)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-11 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0090]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:90.

[0091]

[Example Y-12]

(Production of the color-material dispersing element Y-12)

Except having changed the color material of an example Y-1 into the C.I. pigment yellow 184, the color-material dispersing element Y-12 was completely obtained like the example Y-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0092]

(Production of ink Y-12)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-12 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0093]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule

dispersant =1:90.

[0094]

[The example Y-1 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element Y-13)

The color-material dispersing element Y-13 was obtained like the example Y-1 except having used the C.I. pigment yellow 74 used in the example Y-2, and having used the styrene-maleic-acid random copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0095]

(Production of ink Y-13)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-13 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0096]

[The example Y-2 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element Y-14)

The color-material dispersing element Y-14 was obtained like the example Y-1 except having used the C.I. pigment yellow 74 used in the example Y-2, and having used the n-butyl methacrylate-methacrylic-acid block copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0097]

(Production of ink Y-14)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-14 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0098]

[The example Y-3 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element Y-15)

The color-material dispersing element Y-15 was obtained like the example Y-1 except having used the C.I. pigment yellow 120 used in the example Y-9, and having used the polyoxyethylene hexadecyl ether (HLB12.9) as a dispersant.

[0099]

(Production of ink Y-15)

- The above-mentioned color-material dispersing element Y-15 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0100]

[The example Y-4 of a comparison]

(Production of ink Y-16)

\*\*C. I. acid yellow 79 The 5.0 sections

- Tripropylene glycol The 20.0 sections
- Ion exchange water The 75.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0101]

(Evaluation)

By giving the heat energy [ ink / the ink of example Y-1-12, and / of example Y-of

comparison1-4 ] according to a record signal to ink, it carried in ink jet recording device BJF-660 (Canon make) which has the on-demand mold multi-recording head which makes ink breathe out, respectively, and printed to glossy paper SP 101 (Canon make), and the publication was evaluated to Table 1. Consequently, as indicated to Table 1, any ink of an example had good regurgitation stability compared with the ink of the example of a comparison, and the result with good image grace and robustness was obtained.

[0102]

表 1 : 評価結果

	印字評価			
	吐出特性*1	画像特性*2	耐光性*3	耐水性*4
実施例 Y - 1	◎	◎	○	○
実施例 Y - 2	◎	◎	○	○
実施例 Y - 3	◎	◎	○	○
実施例 Y - 4	◎	◎	○	○
実施例 Y - 5	◎	◎	○	○
実施例 Y - 6	◎	◎	○	○
実施例 Y - 7	◎	◎	○	○
実施例 Y - 8	○	◎	○	○
実施例 Y - 9	○	○	○	○
実施例 Y - 10	◎	◎	○	○
実施例 Y - 11	◎	◎	○	○
実施例 Y - 12	◎	◎	○	○
比較例 Y - 1	×	×	△	△
比較例 Y - 2	△	△	△	○
比較例 Y - 3	×	×	△	△
比較例 Y - 4	○	○	×	×

[0103]

\*1: Regurgitation property

After having printed the solid image 100% under the environment where humidity is 10%, at 5

degrees C after keeping each ink for one month at 60 degrees C, and stopping for 1 minute, the following valuation basis estimated the image which printed the solid image 100% again.

O : there is no white stripe and it is printed normally.

O A white stripe is slightly seen by the part of the beginning of :printing.

\*\* : A white stripe is seen by the whole image.

x : An image is hardly printed.

[0104]

#### \*2: Image property

After keeping each ink for one month at 60 degrees C, the following valuation basis estimated the image which printed and printed the grid pattern of 25mm spacing under the environment where humidity is 10%, at 5 degrees C.

O : the grid pattern is normally printed at intervals of 25mm, without completely confusing printing, even if it observes under a microscope.

O : the grid pattern is printed by 25mm spacing, although turbulence of printing will be seen by the part if it observes under a microscope.

\*\* : Also with the naked eye, turbulence of printing was seen by the part and a part of grid pattern has shifted from 25mm spacing.

x : Turbulence of printing was seen on the whole with the naked eye, and the whole grid pattern has shifted from 25mm spacing.

[0105]

#### \*3: Lightfastness

The reflection density of the image after irradiating a xenon lamp for 100 hours at a printing object was measured, and it considered as the waterproof scale in quest of the survival rate of the reflection density radiationproofing test before and after a radiationproofing test. The valuation basis was carried out as follows.

O : the survival rate of image concentration is 95% or more.

\*\* : The survival rate of image concentration is less than 95% 90% or more.

x : The survival rate of image concentration is less than 90%.

[0106]

#### \*4: Water resisting property

The printing object was stood still in tap water for 5 minutes after 12-hour or more neglect from printing, the reflection density of the image after drying water was measured, and it considered as the waterproof scale in quest of the survival rate of the reflection density waterproof trial before and after a waterproof trial. The valuation basis was carried out as follows.

O : the survival rate of image concentration is 90% or more.

\*\* : The survival rate of image concentration is less than 90% 80% or more.

x : The survival rate of image concentration is less than 80%.

[0107]

<Black (Bk) ink>

About the macromolecule dispersant, the same macromolecule dispersant was used with having used for yellow ink.

[Example Bk-1]

(Production of color-material dispersing element Bk-1)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment black 7 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant A in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and color-material dispersing element Bk-1 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0108]

(Production of ink Bk-1)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-1 The 50.0 sections

- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0109]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:90.

[0110]

[Example Bk-2]

(Production of color-material dispersing element Bk-2)

Except having changed the color material of example Bk-1 into the C.I. pigment black 1, color-material dispersing element Bk-2 were completely obtained like example Bk-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0111]

(Production of ink Bk-2)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-2 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 5.0% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.3 sections
- Ion exchange water The 28.7 sections

[0112]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:230 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:290.

[0113]

[Example Bk-3]

(Production of color-material dispersing element Bk-3)

Except having changed the color material of example Bk-1 into the C.I. pigment black 10, color-material dispersing element Bk-3 were completely obtained like example Bk-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0114]

(Production of ink Bk-3)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-3 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.5 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 4.0 sections
- Ion exchange water The 25.5 sections

[0115]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule

dispersant =1:22.

[0116]

[Example Bk-4]

(Production of color-material dispersing element Bk-4)

C. It stirred well so that the 0.05 sections and the acetone 99.0 section might be mixed, the 0.95 sections of I. pigment black 1 and the C.I. pigment yellow 154 might be warmed at 40 degrees C and it might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant A in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and color-material dispersing element Bk-4 were obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0117]

(Production of ink Bk-4)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-4 The 30.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.3 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 48.7 sections

[0118]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:53.

[0119]

[Example Bk-5]

(Production of color-material dispersing element Bk-5)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment black 31 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the macromolecule dispersant A 0.1 section which used this mixed solution for the acetone 99.9 section by example Bk-1, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and color-material dispersing element Bk-5 were obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0120]

(Production of ink Bk-5)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-5 The 60.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.1% calcium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 18.5 sections

[0121]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:2,200 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:23.

[0122]

[Example Bk-6]

(Production of color-material dispersing element Bk-6)

C. It stirred well so that the 0.5 sections of I. pigment black 32 and the acetone 99.5 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the 1.0 sections of the macromolecule dispersant A which used this mixed solution for the acetone 99.0 section by example Bk-1, the water 5.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and color-material dispersing element Bk-6 were obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0123]

(Production of ink Bk-6)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-6 The 65.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 1.0% magnesium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 13.0 sections

[0124]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the magnesium compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was magnesium compound:macromolecule dispersant =1:3,900 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:210.

[0125]

[Example Bk-7]

(Production of ink Bk-7)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-3 The 25.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium-oxide water solution The 2.0 sections
- 0.1% magnesium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-oxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 51.5 sections

[0126]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the sum total of the lime compound in the obtained ink and a magnesium compound, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound + magnesium compound:macromolecule dispersant =1:2,400, and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:55.

[0127]

[Example Bk-8]

(Production of color-material dispersing element Bk-7)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment black 1 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant B in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and color-material dispersing element Bk-7 were obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0128]

(Production of ink Bk-8)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-7 The 40.0 sections

- Glycerol The 5.0 sections
- Diethylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.2% aluminum chloride water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 43.0 sections

[0129]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:4,600 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:6.

[0130]

[Example Bk-9]

(Production of color-material dispersing element Bk-8)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment black 7 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant C in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and color-material dispersing element Bk-8 were obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0131]

(Production of ink Bk-9)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-8 The 60.0 sections
- Glycerol The 11.0 sections
- Ethylene glycol The 9.0 sections
- 0.02% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum chloride water solution The 0.2 sections
- Ion exchange water The 18.8 sections

[0132]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:69,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:900.

[0133]

[Example Bk-of comparison 1]

(Production of color-material dispersing element Bk-9)

Color-material dispersing element Bk-9 were obtained like example Bk-1 except having used the C.I. pigment black 7 used by example Bk-1, and having used the styrene-maleic-acid random copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0134]

(Production of ink Bk-10)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-9 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0135]

[Example Bk-of comparison 2]

(Production of color-material dispersing element Bk-10)



Color-material dispersing element Bk-10 were obtained like example Bk-1 except having used the C.I. pigment black 7, used by example Bk-1, and having used the n-butyl methacrylate-methacrylic-acid block copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0136]

(Production of ink Bk-11)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-10 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0137]

[Example Bk-of comparison 3]

(Production of color-material dispersing element Bk-11)

Color-material dispersing element Bk-11 were obtained like example Bk-1 except having used the C.I. pigment black 1 used by example Bk-2, and having used the polyoxyethylene hexadecyl ether (HLB12.9) as a dispersant.

[0138]

(Production of ink Bk-12)

- Above-mentioned color-material dispersing element Bk-11 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0139]

[Example Bk-of comparison 4]

(Production of ink Bk-13)

\*\*C. I. hood black 1 The 5.0 sections

- Tripropylene glycol The 20.0 sections
- Ion exchange water The 75.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0140]

(Evaluation)

It printed like the case of yellow ink and the publication was evaluated to Table 2. Consequently, as indicated to Table 2, any ink of an example had good regurgitation stability compared with the ink of the example of a comparison, and the result with good image grace and robustness was obtained.

[0141]

表 2 : 評価結果

	印字評価			
	吐出特性*1	画像特性*2	耐光性*3	耐水性*4
実施例 Bk - 1	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 2	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 3	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 4	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 5	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 6	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 7	◎	◎	○	○
実施例 Bk - 8	○	◎	○	○
実施例 Bk - 9	○	○	○	○
比較例 Bk - 1	×	×	○	△
比較例 Bk - 2	△	△	○	△
比較例 Bk - 3	×	×	△	△
比較例 Bk - 4	○	○	×	×

[0142]

\*1: Regurgitation property (it is the same as the case of yellow ink.)

\*2: Image property (it is the same as the case of yellow ink.)

\*3: Lightfastness

The reflection density of the image after irradiating a xenon lamp for 100 hours at a printing object was measured, and it considered as the waterproof scale in quest of the survival rate of the reflection density radiationproofing test before and after a radiationproofing test. The valuation basis was carried out as follows.

O : the survival rate of image concentration is 90% or more.

\*\*: The survival rate of image concentration is less than 90% 80% or more.

x: The survival rate of image concentration is less than 80%.

\*4: Water resisting property (it is the same as the case of yellow ink.)

[0143]

<Magenta (M) ink>

About the macromolecule dispersant, the same macromolecule dispersant was used with having used for yellow ink.

#### [Example M-1]

##### (Production of the color-material dispersing element M-1)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment red 12 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant A in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element M-1 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0144]

##### (Production of ink M-1)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-1 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0145]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:90.

[0146]

#### [Example M-2]

##### (Production of the color-material dispersing element M-2)

Except having changed the color material of an example M-1 into the C.I. pigment red 122, the color-material dispersing element M-2 was completely obtained like the example M-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0147]

##### (Production of ink M-2)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-2 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 5.0% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.3 sections
- Ion exchange water The 28.7 sections

[0148]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:230 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:290.

[0149]

#### [Example M-3]

##### (Production of the color-material dispersing element M-3)

Except having changed the color material of an example M-1 into the C.I. pigment red 184, the color-material dispersing element M-3 was completely obtained like the example M-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0150]

(Production of ink M-3)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-3 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.5 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 4.0 sections
- Ion exchange water The 25.5 sections

[0151]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:22.

[0152]

[Example M-4]

(Production of the color-material dispersing element M-4)

Except having changed the color material of an example M-1 into the C.I. pigment red 202, the color-material dispersing element M-4 was completely obtained like the example M-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0153]

(Production of ink M-4)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-4 The 30.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.3 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 48.7 sections

[0154]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:53.

[0155]

[Example M-5]

(Production of the color-material dispersing element M-5)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment violet 19 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the macromolecule dispersant A0.1 section which used this mixed solution for the acetone 99.9 section in the example M-1, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element M-5 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0156]

(Production of ink M-5)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-5 The 60.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.1% calcium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.5 sections

- Ion exchange water The 18.5 sections

[0157]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:2,200 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:23.

[0158]

[Example M-6]

(Production of the color-material dispersing element M-6)

C. It stirred well so that the 0.5 sections of I. pigment violet 32 and the acetone 99.5 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the 1.0 sections of the macromolecule dispersant A which used this mixed solution for the acetone 99.0 section in the example M-1, the water 5.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element M-6 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0159]

(Production of ink M-6)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-6 The 65.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 1.0% magnesium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 13.0 sections

[0160]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the magnesium compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was magnesium compound:macromolecule dispersant =1:3,900 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:210.

[0161]

[Example M-7]

(Production of ink M-7)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-2 The 25.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium-oxide water solution The 2.0 sections
- 0.1% magnesium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-oxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 51.5 sections

[0162]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the sum total of the lime compound in the obtained ink and a magnesium compound, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound + magnesium compound:macromolecule dispersant =1:2,400, and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:55.

[0163]

[Example M-8]

(Production of the color-material dispersing element M-7)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment red 184 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed

solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant B in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element M-7 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0164]

(Production of ink M-8)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-7 The 40.0 sections
- Glycerol The 5.0 sections
- Diethylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.2% aluminum chloride water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 43.0 sections

[0165]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:4,600 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:6.

[0166]

[Example M-9]

(Production of the color-material dispersing element M-8)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment red 122 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant C in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element M-8 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0167]

(Production of ink M-9)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-8 The 60.0 sections
- Glycerol The 11.0 sections
- Ethylene glycol The 9.0 sections
- 0.02% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum chloride water solution The 0.2 sections
- Ion exchange water The 18.8 sections

[0168]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:69,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:900.

[0169]

[The example M-1 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element M-9)

The color-material dispersing element M-9 was obtained like the example M-1 except having used the C.I. pigment red 122 used in the example M-2, and having used the styrene-maleic-acid random copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0170]

(Production of ink M-10)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-9 The 50.0 sections

- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0171]

[The example M-2 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element M-10)

The color-material dispersing element M-10 was obtained like the example M-1 except having used the C.I. pigment red 122 used in the example M-2, and having used the n-butyl methacrylate-methacrylic-acid block copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0172]

(Production of ink M-11)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-10 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0173]

[The example M-3 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element M-11)

The color-material dispersing element M-11 was obtained like the example M-1 except having used the C.I. pigment red 184 used in the example M-3, and having used the polyoxyethylene hexadecyl ether (HLB12.9) as a dispersant.

[0174]

(Production of ink M-12)

- The above-mentioned color-material dispersing element M-11 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0175]

[The example M-4 of a comparison]

(Production of ink M-13)

- \*\*C. I. direct red 80 The 5.0 sections
- Tripropylene glycol The 20.0 sections
- Ion exchange water The 75.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0176]

(Evaluation)

The same approach as a case and the same criteria of black ink estimated the publication to Table 3. Consequently, as indicated to Table 3, any ink of an example had good regurgitation stability compared with the ink of the example of a comparison, and the result with good image grace and robustness was obtained.

[0177]

表 3 : 評価結果

	印字評価			
	吐出特性	画像特性	耐光性	耐水性
実施例 M - 1	◎	◎	○	○
実施例 M - 2	◎	◎	○	○
実施例 M - 3	◎	◎	○	○
実施例 M - 4	◎	◎	○	○
実施例 M - 5	◎	◎	○	○
実施例 M - 6	◎	◎	○	○
実施例 M - 7	◎	◎	○	○
実施例 M - 8	○	◎	○	○
実施例 M - 9	○	○	○	○
比較例 M - 1	×	×	△	△
比較例 M - 2	△	△	△	○
比較例 M - 3	×	×	△	△
比較例 M - 4	○	○	×	×

[0178]

<Cyanogen (C) ink>

About the macromolecule dispersant, the same macromolecule dispersant was used with having used for yellow ink.

[Example C-1]

(Production of the color-material dispersing element C-1)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment blue 16 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant A in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element C-1 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0179]

(Production of ink C-1)



- The above-mentioned color-material dispersing element C-1 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

[0180]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:5,800 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:90.

[0181]

[Example C-2]

(Production of the color-material dispersing element C-2)

Except having changed the color material of an example C-1 into the C.I. pigment blue 15:1, the color-material dispersing element C-2 was completely obtained like the example C-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0182]

(Production of ink C-2)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-2 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 5.0% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.3 sections
- Ion exchange water The 28.7 sections

[0183]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:230 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:290.

[0184]

[Example C-3]

(Production of the color-material dispersing element C-3)

Except having changed the color material of an example C-1 into the C.I. pigment blue 15:2, the color-material dispersing element C-3 was completely obtained like the example C-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0185]

(Production of ink C-3)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-3 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.5 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 4.0 sections
- Ion exchange water The 25.5 sections

[0186]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was

lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:22.

[0187]

[Example C-4]

(Production of the color-material dispersing element C-4)

Except having changed the color material of an example C-1 into the C.I. pigment blue 15:3, the color-material dispersing element C-4 was completely obtained like the example C-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0188]

(Production of ink C-4)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-4 The 30.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium chloride water solution The 0.3 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 48.7 sections

[0189]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:46,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:53.

[0190]

[Example C-5]

(Production of the color-material dispersing element C-5)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment blue 15:4 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and mixing in the solution which dissolved the macromolecule dispersant A0.1 section which used this mixed solution for the acetone 99.9 section in the example C-1, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element C-5 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0191]

(Production of ink C-5)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-5 The 60.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.1% calcium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 18.5 sections

[0192]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:2,200 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:23.

[0193]

[Example C-6]

(Production of the color-material dispersing element C-6)

C. It stirred well so that the 0.5 sections of I. pigment blue 15:6 and the acetone 99.5 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding and

mixing in the solution which dissolved the 1.0 sections of the macromolecule dispersant A which used this mixed solution for the acetone 99.0 section in the example C-1, the water 5.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element C-6 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0194]

(Production of ink C-6)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-6 The 65.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 1.0% magnesium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 13.0 sections

[0195]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the magnesium compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was magnesium compound:macromolecule dispersant =1:3,900 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:210.

[0196]

[Example C-7]

(Production of the color-material dispersing element C-7)

Except having changed the color material of an example C-1 into C.I. pigment Green 7, the color-material dispersing element C-7 was completely obtained like the example C-1. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0197]

(Production of ink C-7)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-7 The 25.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.05% calcium-oxide water solution The 2.0 sections
- 0.1% magnesium nitrate water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-oxide water solution The 0.5 sections
- Ion exchange water The 51.5 sections

[0198]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the sum total of the lime compound in the obtained ink and a magnesium compound, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound + magnesium compound:macromolecule dispersant =1:2,400, and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:55.

[0199]

[Example C-8]

(Production of the color-material dispersing element C-8)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment blue 15:3 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant B in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element C-8 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected

and does not remain in a color-material dispersing element.

[0200]

(Production of ink C-8)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-8 The 40.0 sections
- Glycerol The 5.0 sections
- Diethylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.2% aluminum chloride water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 43.0 sections

[0201]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:4,600 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:6.

[0202]

[Example C-9]

(Production of the color-material dispersing element C-9)

C. It stirred well so that the 1.0 sections of I. pigment blue 15:6 and the acetone 99.0 section were mixed, and it might warm at 40 degrees C and might mix to homogeneity. After adding this mixed solution in the solution which dissolved the 1.0 sections of said macromolecule dispersant C in the acetone 99.0 section and mixing, the water 10.0 section was added. Then, the acetone was removed by the rotary evaporator and the color-material dispersing element C-9 was obtained. Although the gas chromatography analyzed the concentration of the acetone in the obtained color-material dispersing element, it was the result of judging that it is not detected and does not remain in a color-material dispersing element.

[0203]

(Production of ink C-9)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-9 The 60.0 sections
- Glycerol The 11.0 sections
- Ethylene glycol The 9.0 sections
- 0.02% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum chloride water solution The 0.2 sections
- Ion exchange water The 18.8 sections

[0204]

The above component was mixed, it stirred enough and target ink was obtained. When the lime compound in the obtained ink, the mass ratio of a macromolecule dispersant, and the mole ratio of an aluminium compound and a macromolecule dispersant were measured, respectively, it was lime compound:macromolecule dispersant =1:69,000 and was aluminium compound:macromolecule dispersant =1:900.

[0205]

[The example C-1 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element C-10)

The color-material dispersing element C-10 was obtained like the example C-1 except having used the C.I. pigment blue 16 used in the example C-1, and having used the styrene-maleic-acid random copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0206]

(Production of ink C-10)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-10 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- 0.2% calcium chloride water solution The 1.0 sections
- 0.01% aluminum-hydroxide water solution The 1.0 sections
- Ion exchange water The 28.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0207]

[The example C-2 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element C-11)

The color-material dispersing element C-11 was obtained like the example C-1 except having used the C.I. pigment blue 15:3 used in the example C-4, and having used the n-butyl methacrylate-methacrylic-acid block copolymer (number average molecular weight 10,000) as a giant-molecule dispersant.

[0208]

(Production of ink C-11)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-11 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0209]

[The example C-3 of a comparison]

(Production of the color-material dispersing element C-12)

The color-material dispersing element C-12 was obtained like the example C-1 except having used the C.I. pigment blue 15:1 used in the example C-2, and having used the polyoxyethylene hexadecyl ether (HLB12.9) as a dispersant.

[0210]

(Production of ink C-12)

- The above-mentioned color-material dispersing element C-12 The 50.0 sections
- Triethylene glycol The 10.0 sections
- Tripropylene glycol The 10.0 sections
- Ion exchange water The 30.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0211]

[The example C-4 of a comparison]

(Production of ink C-13)

\*\*C. I. direct blue 199 The 5.0 sections

- Tripropylene glycol The 20.0 sections
- Ion exchange water The 75.0 sections

The above component was mixed, it stirred enough and ink was obtained.

[0212]

(Evaluation)

The same approach and same valuation basis as a case of said yellow ink estimated the publication to Table 4. Consequently, as indicated to Table 4, any ink of an example had good regurgitation stability compared with the ink of the example of a comparison, and the result with good image grace and robustness was obtained.

[0213]

表 4：評價結果

	印字評價			
	吐出特性	画像特性	耐光性	耐水性
実施例 C - 1	◎	◎	○	○
実施例 C - 2	◎	◎	○	○
実施例 C - 3	◎	◎	○	○
実施例 C - 4	◎	◎	○	○
実施例 C - 5	◎	◎	○	○
実施例 C - 6	◎	◎	○	○
実施例 C - 7	◎	◎	○	○
実施例 C - 8	○	◎	○	○
実施例 C - 9	○	○	○	○
比較例 C - 1	×	×	△	△
比較例 C - 2	△	△	△	○
比較例 C - 3	×	×	△	△
比較例 C - 4	○	○	×	×

[Availability on industry]

[0214]

As explained above, according to this invention, the ink which is stabilized and can record the image which has high robustness and was excellent in grace over a long period of time by any cases can be offered, and the ink jet record approach, ink cartridge, and ink jet recording device which can record the image which was further excellent in robustness and grace can be offered.

[Brief Description of the Drawings]

[0215]

[Drawing 1] It is drawing of longitudinal section showing one example of the head of an ink jet recording device.

[Drawing 2] It is the cross-sectional view showing one example of the head of an ink jet recording device.

[Drawing 3] It is the appearance perspective view of the head which multi-ized the head shown in drawing 1.

[Drawing 4] It is the outline perspective view showing one example of an ink jet recording device.

[Drawing 5] It is drawing of longitudinal section showing one example of an ink cartridge.

[Drawing 6] It is the perspective view showing one example of a record unit.

[Drawing 7] It is the outline sectional view showing another example of a configuration of an ink jet recording head.

[Description of Notations]

[0216]

13: Head

14: Ink slot

15: Exoergic head

16: Protective coat

17-1, 17-2: Electrode

18: Exoergic resistor layer

19: Accumulation layer

20: Substrate

21: Ink

22: Regurgitation orifice (micropore)

23: Meniscus

24: Ink globule

25: Recorded material

26: Multi-slot

27: Glass plate

28: Exoergic head

40: Ink bag

42: Plug

44: Ink absorber

45: Ink cartridge

51: Feed section

52: Paper feed roller

53: Delivery roller

61: Blade

62: Cap

63: Ink absorber

64: Regurgitation recovery section

65: Recording head

66: Carriage

67: Guide shaft

68: Motor

69: Belt

70: Record unit

71: Head section

72: Atmospheric-air free passage opening

80: Ink passage

81: Orifice plate

82: Diaphragm

83: Piezoelectric device

84: Substrate

85: Delivery

---

[Translation done.]